

# Sommaire

- Liste des photos
- Liste des figures
- Liste des tableaux

## Introduction générale

I. Contexte de l'étude .....	01
II. Problématique générale et objectifs du travail .....	04
III. Organisation générale du mémoire.....	05
<b>CHAPITRE I : ETAT DE L'ART SUR LES PROPRIETES DE TRANSFERT DE MASSE DANS UN MILIEU POREUX</b>	
I.1. INTRODUCTION.....	06
I.2. CARACTERISTIQUES DES MILIEUX POREUX .....	07
I.2.1. Définition.....	07
I.2.2. Caractérisation d'un milieu poreux.....	09
I.3. LA DIFFUSION .....	12
I.3.1 Diffusion en régime stationnaire.....	16
I.3.2 Diffusion en régime transitoire .....	19
I.4. LA MIGRATION .....	22
I.4.1. Migration en régime stationnaire .....	24
I.4.2. Migration en régime transitoire .....	24
I.5. LES CHLORURES DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES.....	27
I.5.1. Chlorures libres .....	27
I.5.2. Chlorures fixés .....	27
I.5.3. Détermination de la quantité de chlorures fixés .....	30
I.6. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE TRANSPORT DANS UN MATERIAU CIMENTAIRE.....	31
I.6.1. Effet de la température sur la porosité du béton .....	32
I.6.2. Effet de la température sur la résistance mécanique du béton.....	33
I.6.3. Influence de la température d'essai sur la pénétration des ions chlorures dans le béton	34
I.6.4. Influence de la température d'essai sur la fixation des chlorures dans un matériau cimentaire	37
I.6.5. Influence de la température sur la corrosion des aciers.....	38

I.7. CONCLUSION.....	39
<b>CHAPITRE II : MOYENS DE MESURE</b>	
II.1. INTRODUCTION.....	40
II.2. ESSAIS AU LABORATOIRE .....	40
II. 2.1. Préparation du corps d'épreuve .....	40
II.2.2. La structure poreuse des bétons durcis .....	41
II.2.3. La porosité accessible a l'eau par pesée hydrostatique.....	43
II.2.4. Porosimétrie des bétons durcis par intrusion de mercure .....	44
II.2.5. Porosimétrie par isothermes de désorption.....	47
II.3. METHODE DE DETERMINATION, EN CONDITION, SATUREE DES DIFFERENTS COEFFICIENTS DE DIFFUSION DES CHLORURES DANS LE BETON	49
II.3.1. Essai de diffusion en régime stationnaire $D_{ediff}$ .....	49
II.3.2. Essai de diffusion en régime transitoire $D_{app}$ .....	51
II.3.2.1 ESSAI D'IMMERSION .....	51
II.3.2.2. ASTM C1556 (sur la base de NT BUILD 443).....	58
II.3.2.3 ASTM C1543 (sur la base d'AASHTO T 259).....	59
II.3.3. ESSAI DE MIGRATION EN REGIME STATIONNAIRE $D_{ediff}$ .....	61
II.3.3.1. ESSAI DE MIGRATION (AFREM).....	61
II.3.3.2. Norme NT BUILD 355 .....	69
II.3.4. ESSAI DE MIGRATIONEN REGIME NON STATIONNAIRE (TRANSITOIRE)	71
II.3.4.1 LA NORME AASHTO T 277 (2005) .....	71
II.3.4.2. AASHTO TP64 (basée sur NT BUILD 492 [BUI. 99]) .....	76
..	
II.4. ESSAIS IN SITU.....	81
II.4.1 Essais destructifs.....	82
II.4.1.1 les profils de chlorure .....	82
II.4.1.2. Méthodes de prélèvements des carottes de béton .....	83
II.4.2 Essais non destructifs.....	85
II.4.2.1 Mesures de la résistivité .....	85
II.4.2.2. Méthode électromagnétique .....	87
II.4.2.3. La technique capacitive .....	88
II.4.2.4. Ondes mécaniques ultrasonores.....	90

II.5. AVANTAGES ET INCONVENIENTS .....	91
II.5.1. Les essais de diffusion en régime permanent.....	91
II.5.2. Les essais de diffusion en régime transitoire .....	92
II.5.3. Les essais d'immersion .....	92
II.5.4. Les essais de migration en régime permanent .....	93
II.5.5. Les essais de migration en régime transitoire .....	93
II.5.6. Les essais destructifs (ED) .....	94
II.5.7. Les essais non destructifs (END) .....	94
II.6. CONCLUSION.....	95
<b>CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE</b>	
III.1. INTRODUCTION.....	96
III.2. MATERIAUX .....	97
III.2.1. Agrégats .....	97
III.2.2. Ciment .....	98
III.2.3. L'eau .....	99
III.2.4. Confection des éprouvettes.....	99
III.2.5. Cure .....	100
III.2.6. Préparation des solutions et des réactifs.....	100
III.3. MATERIEL	
III.3.1.Appareillages.....	100
III.3.2. Préparation des corps d'épreuve.....	101
III.4. POROSITE ACCESSIBLE A L'EAU .....	102
III.4.1. Pesée hydrostatique .....	102
III.4.2. Pesée à l'air .....	102
III.4.3. Pesée à sec .....	102

III.5. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR EFFECTUER DES ESSAIS A DIFFERENTES TEMPERATURES	102
III.5.1. Essais aux températures $20 \pm 2$ °C .....	103
III.5.2. Essais aux températures $0 \pm 2$ °C .....	103
III.5.3. Essais aux températures $40 \pm 2$ °C .....	103
III.6. PROTOCOLE DE DIFFUSION DES IONS CHLORES .....	104
III.7. RESULTATS ET DISCUSSION .....	105
III.7.1 Intensité du courant .....	105
III.7.2 Evaluation de la profondeur $X_d$ .....	105
III.7.3. Calcul du coefficient de diffusion apparent .....	105
III.8. RESULTATS.....	107
III.8.1. Effet de la température sur la profondeur de pénétration .....	107
III.8.2. Effet de la température sur le coefficient de diffusion. ....	108
III.8.3. Effet de la température sur l'intensité du courant et la résistivité .....	109
III.8.4. Corrélation approximative entre essai AASHTO 277 et NT BUILD 492 pour des différentes températures	110
III.9. CONCLUSION .....	110
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....	112
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	114

## LISTE DES PHOTOS

Photos 1 : Dégradations constatées au CEM poly- cycle de MARSА BENMHIDI (Photos prises par l'auteur)..	01
Photo 2. Insuffisance d'enrobage (front de mer Oran) [LAS, 2008].....	02
Photo 3. Digue de Tanger ( revue construction moderne 2006).....	02
Photo 4. Pont de la Confédération au Canada (www.canada-photos.ch) .....	03
Photo II.1. Principe de la pesée hydrostatique .....	44
Photo II.2. Machine de prélèvement de la poudre .....	53
Photo II.3. Cellules de migration des ions chlores [ROZ, 07].....	61

## LISTE DES FIGURES

Figure 1. Schématisation de l'évolution des dégradations du béton et de l'acier .....	04
Figure I.1. Phases constituant la structure du béton .....	08
Figure I.2. Représentation schématique d'un solide poreux. ....	08
Figure I.3. Dimension des pores et solides dans la pâte de ciment hydraté.....	09
Figure I.4. Schéma du chemin tortueux .....	11
Figure I.5. Effet des paramètres influençant la perméabilité .....	12
Figure I.6. Schéma représentant les formes de transports par diffusion dans le béton.....	13
Figure I.7. Organigramme des méthodes de mesure du coefficient de diffusion des chlorures .....	15
Figure I.8. Schéma d'une cellule de diffusion .....	17
Figure I.9. Evolution de la concentration cumulée en ions chlorures dans le compartiment aval en fonction du temps.....	18
Figure I.10. Schéma de Principe de l'essai d'immersion .....	21
Figure I.11. Profil en chlorures dans le béton après immersion .....	22
Figure I.12. Schéma de principe de la cellule de migration conçue par Tang et Nilson.....	25
Figure I.13. Allure du profil de concentration selon Tang et Nilson.....	26
Figure I.14. bis: Synthèse des isothermes d'interaction obtenues sur différents matériaux à base de ciment CEM .....	28
Figure I.15. Mécanisme de formation du monochloro-aluminate.....	30
Figure I.16. Valeurs expérimentales et approximation de la porosité pour différents bétons sous l'effet de la variation de la température.....	32
Figure I.17. Evolution de la porosité d'un béton sous l'effet de la température .....	33
Figure I.18. Développement de résistance des bétons en fonction de la température .....	34
Figure I.19. Profils expérimentaux de pénétration des chlorures des immersions à 5 et 40°C (E/C=0,45) .....	36
Figure I.20. Influence de la température d'exposition sur la pénétration des chlorures dans le béton .....	37
Figure 1. 21. Fixation des chlorures d'un béton à base de ciment Portland à différentes températures d'essai 5, 20, 40 °C .....	38
Figure II.1. Extraction des disques d'une éprouvette.....	40
Figure II.2. Extraction des disques des éprouvettes .....	41
Figure II.3. Domaine d'utilisation des principales techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment .....	42
Figure II.4. Schéma explicatif de l'intrusion de mercure dans un pore.....	45
Figure II.5. Distribution de la taille des pores obtenue par porosimétrie au mercure PIM sur un mortier.....	46
Figure II.6. Porosimètre à mercure poste basse et haute pression .....	47
Figure II.7. Isotherme de désorption et d'adsorption de vapeur d'eau d'un béton à hautes performances (à T=23 + 0.1 C) .....	48
Figure II.8. Schéma du dispositif expérimental de sorption de vapeur d'eau sur «échantillon de pate de ciment et de béton durcis .....	49
Figure II.9. Principe des essais de diffusion des ions .....	50
Figure II.10. Evolution du flux de chlorures en aval .....	50

Figure II.11 Profils de concentration en chlorures libres et totaux du béton B1 après 60 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.l-1) .....	56
Figure II.12 Profils de concentration en chlorure libres et totaux du béton B2 après 92 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.l-1) .....	56
Figure II.13 Courbes Ccl en fonction de la profondeur X pour les bétons B1 et B2 .....	57
Figure II.14 Essai d'immersion d'éprouvettes de béton selon NT Build 443 .....	58
Figure II.15 Essai selon la procédure NT Build 443 .....	59
Figure II.16 Schémas de principe de l'essai AASHTO T 259 .....	60
Figure II.17 Saturation de l'échantillon .....	62
Figure II.18 Schéma de principe d'une cellule de migration .....	64
Figure II.19 Titrimètre pour le dosage des chlorures .....	65
Figure II.20 Evolution de la concentration en chlorure dans le compartiment aval de la cellule. Comparaison entre deux bétons de hautes performances avec ou sans fumée de silice .....	67
Figure II.21 Evolution de la concentration des ions chlorures en fonction du temps dans le compartiment aval en fonction de la nature du béton sur la diffusion .....	68
Figure II. 22. Corps d'épreuve .....	69
Figure II.23 Schéma de principe d'une cellule de migration selon NT BUILD 355 .....	69
Figure II.24. Schéma de la variation de la concentration en chlorures en fonction du temps dans le compartiment 2.....	70
Figure II.25 Photo et schéma de principe d'une cellule de migration de type ASTM .....	73
Figure II.26 Matériel utilisé pour l'essai de migration selon la norme NT BUILD 492.....	78
Figure II.27 Organigramme pour réaliser l'essai .....	79
Figure II.28 Exemple de prélèvement des échantillons de poussières à partir d'une structure en éton. ....	82
Figure II.29 : Différentes étapes d'élaboration d'un carottage.....	84
Figure II.31 Sonde Wenner à quatre points .....	86
Figure II.32 Schéma de principe de la sonde Wenner.....	86
Figure II.33 Schéma de principe de l'auscultation radar sur une dalle en béton armé .....	87
Figure II.34 Variation de la vitesse de l'onde directe en fonction de la teneur en eau volumique .....	88
Figure II.35 Schéma d'un condensateur plan.....	89
Figure II.36 Principe du dispositif de mesure en surface de la technique capacitive .....	89
Figure II.37 Principe schématique de la mise en œuvre des techniques ultrasonores et exemple de matériel commercial .....	91
Figure III.1. Courbes granulométriques des granulats Djebel Abiod.....	97
Figure III.2 Carte de localisation de la carrière de l'ENG Sidi Abdelli. ....	98
Figure III.3 Matériel utilisé pour l'essai de migration selon la norme NT BUILD 492.....	101
Figure III.4. Prélèvement du corps d'épreuve (sciage, saturation sous vide et à l'eau de chaux).....	101
Figure III.5 Réfrigérateur utilisé pour les essais à basses températures .....	103
Figure III.6. Four à moufle destiné aux essais aux températures de 40° C.....	104
Figure III.5. Mesure de la profondeur de pénétration des ions chlores.....	105
Figure III.6. Variation de la profondeur de pénétration des ions chlores à travers l'échantillon de béton sous l'effet du gradient thermique. ....	107

Figure III.7. Variation du coefficient de diffusion sous l'effet de l'augmentation de la température ..... 108  
Figure III.8 Variation de l'intensité du courant à la fin de l'essai sous l'effet de la température ..... 109  
Figure III.9. Variation de la résistivité de l'échantillon du béton sous l'effet de la température ..... 109

### Liste des tableaux

TABLEAU 1.1 COEFFICIENT DE DIFFUSION APPARENT DES PATES.....	41
TABLEAU II.1 CONCENTRATION EN CHLORURES A LA SURFACE C1 ET COEFFICIENT DE DIVISION APPARENT POUR B1 ET B2 .....	57
TABLEAU II.2. LES CINQ CATEGORIES INDICATRICES DES NIVEAUX DE PERMEABILITE AUX CHLORURES DU BETON .....	74
TABLEAU II.3 CORRELATION APPROXIMATIVE ENTRE ESSAI AASHTO 277 ET NT BUILD 492 .....	75
TABLEAU II.4 INDICATIONS SUR LES NIVEAUX DE RESISTANCE A LA PENETRATION DES IONS CHLORES.....	80
TABLEAU II.5 COMPOSITION DU BETON UTILISE.....	80
TABLEAU II.6 PROBABILITE DE CORROSION EN FONCTION DE LA VALEUR DE LA RESISTIVITE .....	86
TABLEAU III.1 COMPOSITION CHIMIQUE DU CIMENT DE BENI-SAF CEMII/A CPJ 42.5 .....	98
TABLEAU III.2 COMPOSITION DE BOGUE DU CIMENT UTILISE .....	99
TABLEAU III.3 COMPOSITION DE L'EAU DE GACHAGE (MG/L).....	99
TABLEAU III.4 PROPRIETES ET FORMULATION DU BETON UTILISE .....	99
TABLEAU III.5 COEFFICIENT DE MIGRATION RAPIDE EN FONCTION DE LA VARIATION DE LA TEMPERATURE D'ESSAI.....	110

## INTRODUCTION GENERALE

### I. CONTEXTE DE L'ETUDE

Suite aux expertises préliminaires élaborées par les services techniques au niveau des équipements publics et divers ouvrages réalisés au niveau des villes côtières de la région Ouest de notre pays (Marsa Benmhidi, Ghazaouet, Honaine et Oran), plusieurs cas pathologiques ont été recensés avec l'apparition de fissures et des éclatements de béton dus principalement à la corrosion des aciers. Ces désordres sont aussi souvent la conséquence d'une mauvaise qualité du béton mis en œuvre et d'un enrobage très faible (voir photos 1 & 2).



**Photo 1.** Dégradations constatées au CEM poly-cycle de MARSA BENMHIDI (Photos prises par l'auteur)



**Photo 2.** *Enrobage en béton insuffisant (front de mer Oran) [LAS, 2008]*

La dégradation des ouvrages en béton armé exposés en milieu marin (photo 3) ou aux sels de déverglaçage (photo 4) est en grande partie liée au transfert des ions chlorures à travers le béton. Les chlorures peuvent être rencontrés dans un milieu poreux cimentaire sous plusieurs formes : chlorures libres en solution, physiquement liés à la matrice, chimiquement liés et éventuellement cristallisés. Seuls les chlorures libres sont considérés comme les principaux acteurs dans les processus de corrosion des armatures [FRA 98].



**Photo 3.** *Digue de Tanger [CIM, 06]*



**Photo 4.** *Pont de la Confédération au Canada (www.canada-photos.ch)*

Lorsqu'ils se trouvent en quantité suffisante autour de l'acier d'armature, les chlorures détruisent la couche protectrice naturelle formée à la surface des barres en contact avec le ciment hydraté. A ce moment, la corrosion s'amorce par l'apparition de tâches jaunâtres en surface. Les produits de corrosion formés lors de cette réaction chimique enrobent les barres d'aciers, ce qui cause des tensions dans le béton et provoquent son éclatement.

Les chercheurs déploient leurs savoirs en vue de produire d'une part un béton de qualité et concevoir d'autre part, de nouveaux bancs d'essais pour des mesures directes ou indirectes et/ou des modèles mathématiques afin de mieux suivre l'évolution des performances du béton dans le temps.

Face à un tel problème et dans le cadre d'une démarche performancielle, de nouveaux textes normatifs (Eurocode 2 et NF EN 206-1 en particulier), ont défini des classes d'expositions et des classes structurales pour une prise en compte de la durabilité du béton. A cet effet, les indicateurs de durabilité restent parmi les éléments essentiels à déterminer pour caractériser le béton et prédire son âge. Ils doivent ainsi constituer, selon l'importance de l'ouvrage, les recommandations à inclure obligatoirement dans les prescriptions techniques des cahiers des charges.

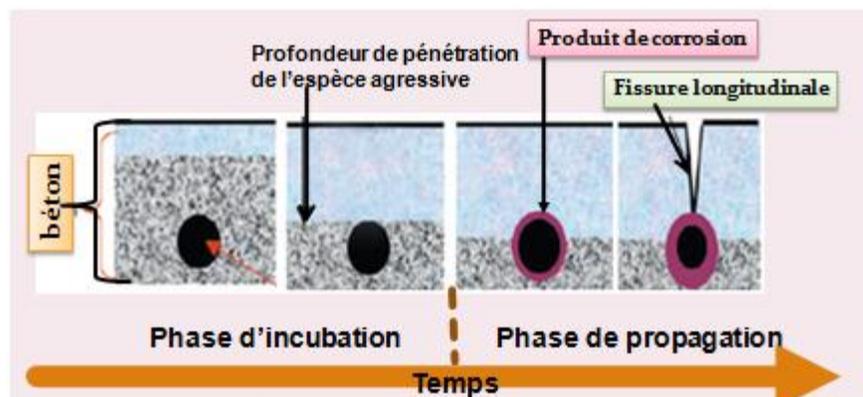
Devant pareille situation, et au vu du rôle stratégique que joue le béton du point de vue économique dans notre pays en construction, notre objectif à travers cette étude est de simuler au laboratoire l'attaque du béton durci par des solutions chlorées afin de comprendre le phénomène et de produire un béton résistant et durable. Dans cette perspective, nous avons

réalisé un programme expérimental afin d'évaluer la résistance de bétons ordinaires à base de matériaux locaux subissant un vieillissement accéléré face à la migration des chlorures. Le banc d'essai utilisé répond à la norme NT BUILD 492 [BUI, 1999]. Les résultats obtenus montrent bien que le coefficient de diffusion calculé est fortement dépendant du gradient de température.

## II. PROBLEMATIQUE GENERALE ET OBJECTIFS DU TRAVAIL

Dans ce mémoire, nous traitons de la durabilité des matériaux cimentaires et particulièrement les transferts de matière à travers des échantillons de béton durcis par l'élaboration des essais de migration sous un champ électrique. Cet essai, nous permet d'étudier la diffusivité sous gradient de concentration d'un agent agressif qui attaque les armatures en acier au sein du béton : les chlorures.

Les dommages dus à la corrosion commencent par des expansions au niveau des aciers qui conduisent à la formation de fissures dans le béton et provoquent souvent le décollement de l'enrobage [Fig. 1]. En plus de la disparition du béton d'enrobage, des dommages structuraux peuvent survenir en raison de la perte d'adhérence des barres et de la diminution de leur diamètre effectif (perte de capacité en traction) [HAJ, 08].



**Figure 1.** Corrosion des armatures du béton armé.  
Schématisation de l'évolution des dégradations du béton et de l'acier [BAR, 05]

Lorsqu'un matériau saturé est exposé à une solution contenant des chlorures sans gradient de pression, la pénétration des chlorures s'effectue par diffusion. Cette pénétration peut s'effectuer soit sous un processus physique qui correspond à la mobilité des ions présents en solution, soit sous un ou plusieurs processus chimiques d'interactions entre les espèces présentes et le matériau lui-même.

Aussi, vu la fluctuation de la température due aux changements du climat, nous avons essayé -à travers cette recherche- d'évaluer l'effet de la variation de la température, dans l'intervalle 0 - 40° C (pour se rapprocher de la réalité), sur le transfert de ces ions par diffusion dans le matériau béton.

### **III.ORGANISATION GENERALE DU MEMOIRE**

La structure du mémoire se compose d'une introduction générale, de trois chapitres et d'une conclusion.

Le premier chapitre est consacré à la revue bibliographique sur le transfert dans les milieux poreux (définitions, caractéristiques et méthodes de mesure) ainsi que les conditions environnementales qui peuvent influencer le mode de transfert à savoir l'effet de la température.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les moyens de mesure au laboratoire et in situ des chlorures dans le béton avec une comparaison offrant les avantages et les inconvénients des différents essais.

Le troisième chapitre présente la partie expérimentale ainsi que la synthèse des résultats obtenus.

Une conclusion générale clôture ce mémoire en mettant l'accent sur les résultats importants ainsi que les perspectives liées à ce travail de recherche.

## CHAPITRE I. ETAT DE L'ART SUR LES PROPRIETES DE TRANSFERT DANS LES MILIEUX POREUX

### I. 1. INTRODUCTION

Le béton est le matériau le plus utilisé au monde. Il a démontré sa conformité en matière de développement durable par sa position compétitive en matière de bâtiments BBC (bâtiment à basse consommation énergétique) et par son coût faible. En plus de ses propriétés mécaniques et sa facilité de mise en œuvre, vient la notion de durabilité du béton dont le but est de préserver l'intégralité de ces performances mécaniques pendant sa durée de vie.

Ce matériau se comporte comme un être vivant, qui réagit avec son environnement et qui vieillit au cours du temps. Plusieurs mécanismes de dégradation résultent de ces réactions, parmi lesquels, la corrosion induite par les chlorures qui affecte considérablement les propriétés mécaniques de la structure. Actuellement, dans de nombreux pays, des travaux importants de recherches sont consacrés au développement de nouvelles approches de durabilité, afin d'accroître la durée de vie des ouvrages en béton armé au coût le plus bas. Ces nouvelles approches sont basées sur la sélection des indicateurs de durabilité qui sont devenus les bases essentielles pour qualifier une formulation de béton et assurer une durée de vie maximale pour ce matériau. Cette notion de durabilité est prise en compte par de nouveaux textes normatifs en s'appuyant sur la notion de classe d'exposition imposée au prescripteur afin de définir les actions dues à l'environnement auxquelles le béton de l'ouvrage ou de chaque partie d'ouvrage va être exposé pendant la durée d'utilisation de la structure. Ces actions dues à l'environnement sont regroupées en classes d'exposition prescrites par la norme EN 206-1.

Parmi les causes principales qui influent sur la durée de vie d'une structure en béton armé exposée au milieu marin, les ions chlorures. Si le béton n'a pas la capacité d'empêcher la pénétration de ces ions dans sa structure poreuse, ils seront à l'origine de la destruction de la couche protectrice des aciers et provoquent ainsi leur corrosion.

L'aptitude des bétons à résister à ces dégradations est caractérisée par deux grandeurs physiques. La perméabilité et la diffusivité. Considérés comme des indicateurs de durabilité, ces deux mécanismes sont responsables du transport de matière à travers le matériau béton. La perméabilité décrit un écoulement de fluide (eau ou gaz) qui se produit sous gradient de pression, elle dépend de la taille des espaces poreux dans lesquels s'écoule le fluide ainsi que de leur interconnexion. La diffusivité est relative au déplacement d'une espèce chimique à

l'échelle moléculaire sous l'effet d'un gradient de concentration. Elle ne dépend pas de la taille des pores mais de leur interconnexion [BUI, 92 cité par DEB, 08].

La résistance du béton contre ces agents agressifs ne peut être importante que s'il y a un transport de matière par ces deux phénomènes. Donc, il est très important de comprendre ces mécanismes et de les maîtriser en vue de réaliser un béton durable.

## I.2. CARACTERISTIQUES DES MILIEUX POREUX

### I.2.1. DEFINITION

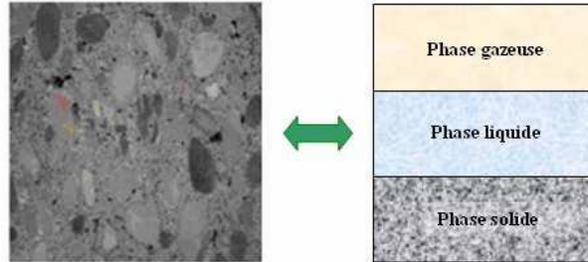
Le béton durci est un matériau poreux composé de pâte de ciment hydratée et de granulats. Les trois phases constituant la structure du béton sont (Figure I.1.) :

✓ **La phase solide** (matrice) qui comprend la pâte de ciment, les granulats et l'interface pâte granulats. La pâte de ciment est formée par des grains de ciment hydratés et se compose de 50% de gel C-S-H, 20% de portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , 10% d'aluminates et de sulfoaluminates de calcium hydratés et 20% d'autres composants ( $\text{CA}_2\text{SH}_8$ ,  $\text{CA}_3$ , etc.).

L'interface pâte-granulats existe autour des granulats et dépend de la forme et la composition chimique des granulats. Pour les granulats calcaires qui sont assez poreux, cette interface est moins perméable et plus résistante que celle des granulats siliceux [CAM, 08].

- ✓ **La phase liquide** (pores) comprenant les différents types d'eau existant dans le béton :
- L'eau capillaire remplit le volume poreux au-delà de la couche adsorbée et est séparée de la phase gazeuse par des ménisques.
  - L'eau adsorbée est présente sur la surface solide des pores, notamment sur le gel C-S-H et soumise à des champs de forces superficielles par l'intermédiaire des forces intermoléculaires de Van der Waals et des forces électrostatiques.
  - L'eau chimiquement liée représente l'eau consommée au cours des réactions d'hydratation du ciment ou combinée avec d'autres composants dans les hydrates.
  - La phase gazeuse (pores) comprend de l'air et de la vapeur d'eau coexistant dans les pores du béton. Ces derniers se composent de pores capillaires et de pores internes aux hydrates. Les pores capillaires se trouvent dans les espaces inter-granulaires et sont directement liés au rapport eau/ciment. Les pores internes aux hydrates sont

indépendants du rapport eau/ciment et se forment en cours d'hydratation de la pâte de ciment [TRA, 09].



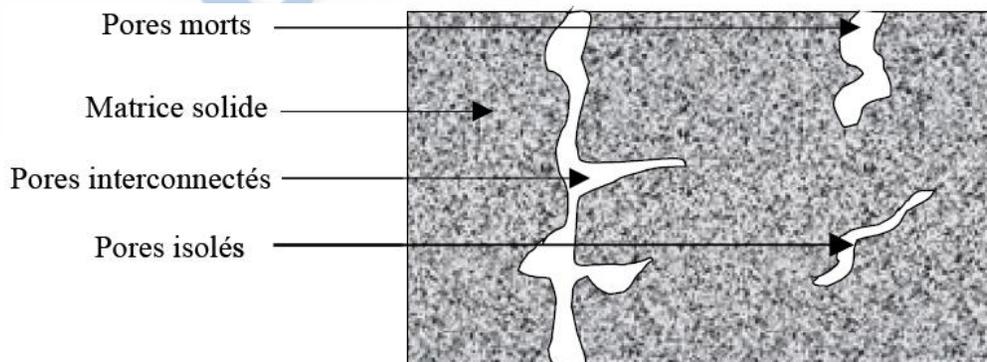
**Figure I.1.** Phases constituant la structure du béton [TRA, 09]

Les caractéristiques du réseau poreux (porosité, distribution des tailles de pores, etc.) déterminent les propriétés de transfert. Ils sont donc des indicateurs de premier ordre dans la prédiction de la durabilité des structures en béton et en béton armé.

Ces pores peuvent être connectés entre eux ou non. Différents niveaux de connectivité peuvent exister pour un pore :

- Interconnecté,
- aveugle (pores morts),
- isolé.

Les pores interconnectés permettent le transport de matières dans le matériau, contrairement aux pores aveugles ou aux pores isolés (figure I.2).



**Figure I.2.** Représentation schématique d'un solide poreux [MAH, 06].

## I.2.2. CARACTERISATION D'UN MILIEU POREUX

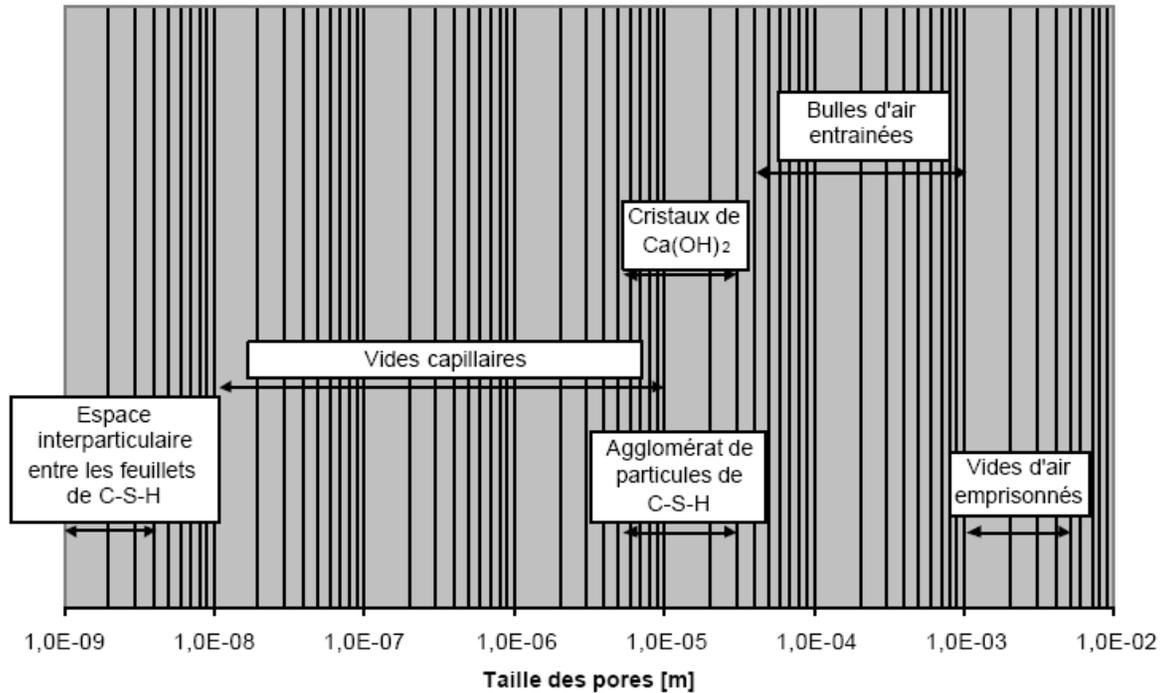
### a. Porosité

Le béton est un matériau composite caractérisé par une microstructure poreuse avec des pores de différentes tailles (figure I.3). La distribution de la taille des pores est continuellement modifiée pendant le processus d'hydratation. Elle est fonction du rapport E/C initial aussi bien que du degré d'hydratation. La structure poreuse et la distribution des pores au sein du béton jouent un rôle très important non seulement sur la résistance mécanique, mais aussi sur les phénomènes de transport et d'interaction avec le milieu extérieur. Cette interaction a lieu à travers les pores interconnectés. Le réseau poreux est aussi le réceptacle de l'eau liquide, de l'eau en forme de vapeur et de l'air sec [QNGU, 07].

La porosité est définie par le rapport entre le volume de pores ( $V_p$ ) et le volume total ( $V_t$ ) de matériau.

$$\phi = \frac{V_p}{V_t} \dots\dots\dots (I.1)$$

D'après la figure I.4, nous pouvons constater trois groupes de pores :



**Figure I.3** Dimension des pores et solides dans la pâte de ciment hydraté [MEH, 91 cité par NUG, 02].

On définit aussi l'indice des vides par le rapport du volume des vides ( $V_v$ ) sur le volume du solide ( $V_s$ ).

$$e = \frac{V_v}{V_s} = \frac{\phi}{\phi - 1} \dots\dots\dots (1.2)$$

La porosité est une propriété volumétrique représentant le volume des pores qui ne sont pas nécessairement interconnectés, alors que la perméabilité est une propriété d'écoulement qui caractérise l'aptitude d'un matériau poreux à se laisser traverser par un fluide [MAH, 06].

Pour les bétons ordinaires (BO), la porosité est approximativement égale à 10% du volume total de la structure du béton [BAR, 94].

**b. Teneur en eau**

L'eau est l'élément indispensable pour l'hydratation du ciment. C'est aussi un élément toujours présent au sein de la porosité des matériaux cimentaires durcis et qui a un rôle très important vis-à-vis de la durabilité de ces matériaux. Dans le béton durci, l'eau se présente sous deux formes principales :

- L'eau de constitution des hydrates,
- L'eau libre ou faiblement adsorbée.

La détermination de la teneur en eau au sein d'un matériau cimentaire est donc indispensable à la fois pour connaître l'évolution des réactions d'hydratation et pour identifier la répartition de l'eau ainsi que les phénomènes de transport de matière liés à la présence d'une phase liquide. Les principales méthodes d'évaluation de cette eau sont rappelées dans ce qui suit [MAG, 08].

**La gammadensimétrie** : Le principe repose sur l'absorption des rayons gamma émis par une source radioactive de Césium 137 suivant la loi de Lambert :

$$N = N_0 \cdot e^{-\mu \rho l} \dots\dots\dots (1.3)$$

Avec :

$N_0$  : nombre de protons incidents dans l'air,

N : nombre de protons traversant l'éprouvette d'épaisseur l et de masse volumique  $\rho$  ,  
 $\mu$  : le coefficient d'absorption massique du matériau étudié. Connaissant N,  $N_0$  et l'on obtient la densité du béton  $\rho$ .

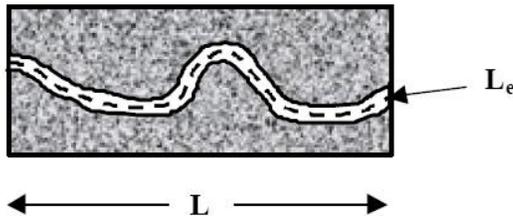
**Perte de masse** : Les méthodes les plus simples pour évaluer la teneur en eau sont celles faisant appel à un suivi de masse pendant l'extraction de l'eau contenue dans l'échantillon. Différents types de séchage peuvent être considérés : perte au feu à différentes températures, cryosublimation (gel + vide), séchage sous vide ou à l'alcool.

**La résonance Magnétique Nucléaire (IRM)** : Imagerie utilisant les principes de la RMN. Avec l'imagerie IRM, on peut suivre l'évolution de l'eau dans le matériau cimentaire.

**c. Tortuosité**

La tortuosité ( $\tau$ ) est introduite par Carma (1956) dans son modèle géométrique de la perméabilité; elle caractérise le chemin d'écoulement d'un fluide à travers un milieu poreux :

$$\tau = \left[ \frac{L_e}{L} \right]^2 \dots\dots\dots (1.4)$$



**Figure I.4.** Schéma du chemin tortueux [MAH, 06]

Avec :

$L_e$  : Longueur effective du déplacement du fluide, c'est à dire la longueur moyenne des lignes de courant du fluide.

$L$  : Distance parcourue par le fluide, c'est à dire la longueur de l'échantillon poreux dans la direction de l'écoulement.

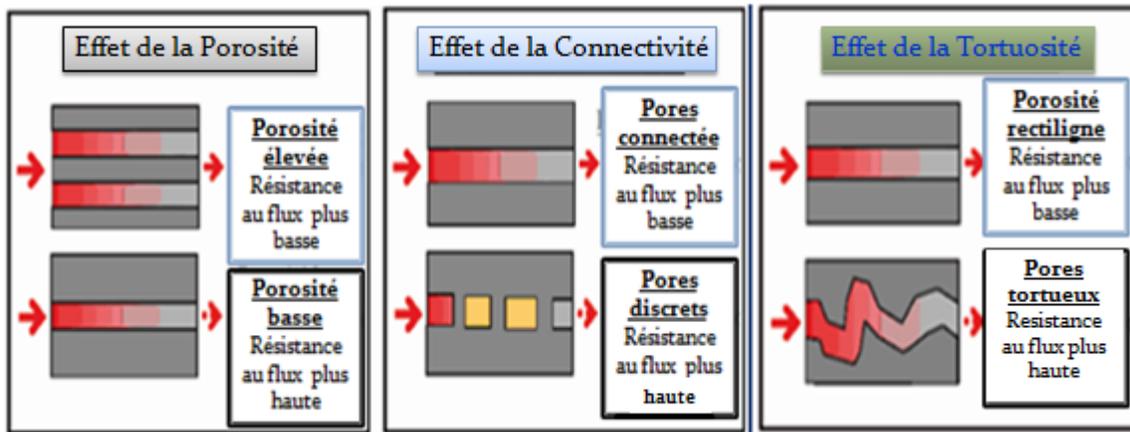
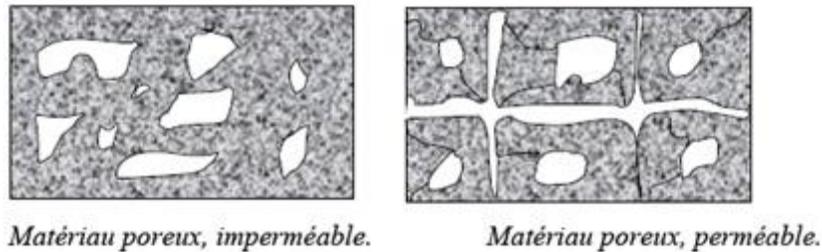
La connectivité est définie grâce à la relation suivante :

$$C = b - n + 1 \dots\dots\dots (1.5)$$

Où :

b : Nombre de branches (ou d'orifices d'une cavité),

n : Nombre de nœuds (ou de cavité) [MAH, 06].



**Figure I.5** Effet des paramètres influençant la perméabilité  
(d'après SCRIVENER, 2001 cité par CHO, 06 ).

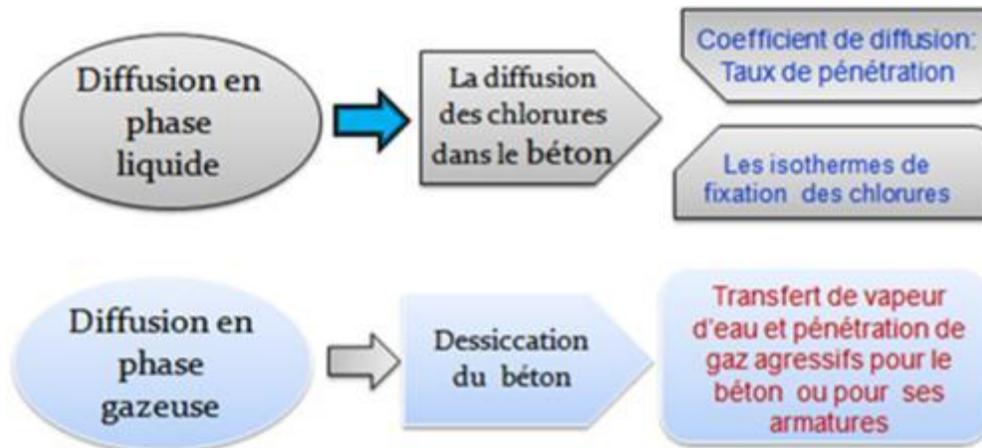
### I.3. LA DIFFUSION

Il est indispensable de pouvoir caractériser d'une manière très rigoureuse la microstructure des matériaux cimentaires dans le but d'évaluer non seulement leurs propriétés mécaniques mais aussi celle liées à leur durabilité.

La diffusion est un mécanisme de transport de substance dans un milieu donné sous l'effet de son agitation aléatoire à l'échelle moléculaire. S'il existe des différences de concentration entre deux points du milieu, ce phénomène engendre un transport global du constituant considéré, orienté de la zone la plus concentrée vers la zone la moins concentrée. Le transport par diffusion est un phénomène irréversible, qui peut intervenir sous deux formes (figure I.6.) :

**En phase liquide** : concerne la diffusion des constituants en solution dans la phase liquide (les ions chlores, les sulfates). Elle intervient, par exemple, dans l'attaque par l'eau de mer et la corrosion des aciers d'armature.

**En phase gazeuse** : concerne, par exemple, la diffusion de la vapeur d'eau dans un béton partiellement saturé ou encore la diffusion de l'oxygène ou du CO<sub>2</sub>.



**Figure I.6.** Schéma représentant les formes de transports par diffusion dans le béton [MAH, 06]

A noter que, le transport de gaz s'effectue généralement dans les bétons par diffusion dans l'air contenu dans les pores ou les fissures du matériau. Le mouvement des chlorures dans une solution peut être exprimé par le potentiel chimique  $\mu$  de ces ions :

$$\mu = \mu_0 + R.T.\ln(\gamma.c) \dots\dots\dots (I.6)$$

- $\mu_0$  : potentiel chimique dans une solution infiniment diluée (J/mol),
- R : constante de gaz parfait (8.314 J/ (mol.K)),
- T : température absolue (k),
- $\gamma$  : coefficient d'activité de la solution,
- c : concentration de la solution (mol/ l),

$$v = B \frac{\partial \mu}{\partial x} + u \frac{\partial \phi}{\partial x} = -BRT \left( \frac{\partial \ln c}{\partial x} + \frac{\partial \ln \gamma}{\partial x} \right) + u \frac{\partial \phi}{\partial x} \dots\dots\dots(1.7)$$

Soit :

$$v = -BRT \frac{\partial \ln c}{\partial x} \left( 1 + \frac{\partial \ln \gamma}{\partial \ln c} \right) + u \frac{\partial \phi}{\partial x} \dots\dots\dots (1.8)$$

Où :

B : facteur proportionnel

u : mobilité de l'ion.

En remplaçant  $D = BRT$ , l'expression du flux des ions  $j_d$  peut être décrite par la relation suivante :

$$J_d = cv = -D \frac{c \partial \ln c}{\partial x} \left( 1 + \frac{\partial \ln \gamma}{\partial \ln c} \right) + cu \frac{\partial \phi}{\partial x} \dots\dots\dots (1.9)$$

On obtient :

$$J_d = -D \frac{\partial c}{\partial x} \left( 1 + \frac{c}{\gamma} \frac{\partial \gamma}{\partial c} \right) + cu \frac{\partial \phi}{\partial x} \dots\dots\dots (1.10)$$

Le coefficient d'activité  $\gamma$  et le champ électrique  $\phi$  dépendent de la concentration libre des chlorures et d'autres ions existant dans la solution [DJE, 07].

On peut obtenir la première loi de Fick, si on néglige ces deux expressions  $\frac{c}{\gamma} \frac{\partial \gamma}{\partial c}$  et  $cu \frac{\partial \phi}{\partial x}$  :

$$J_d = -D \frac{\partial c}{\partial x} \dots\dots\dots(1.11)$$

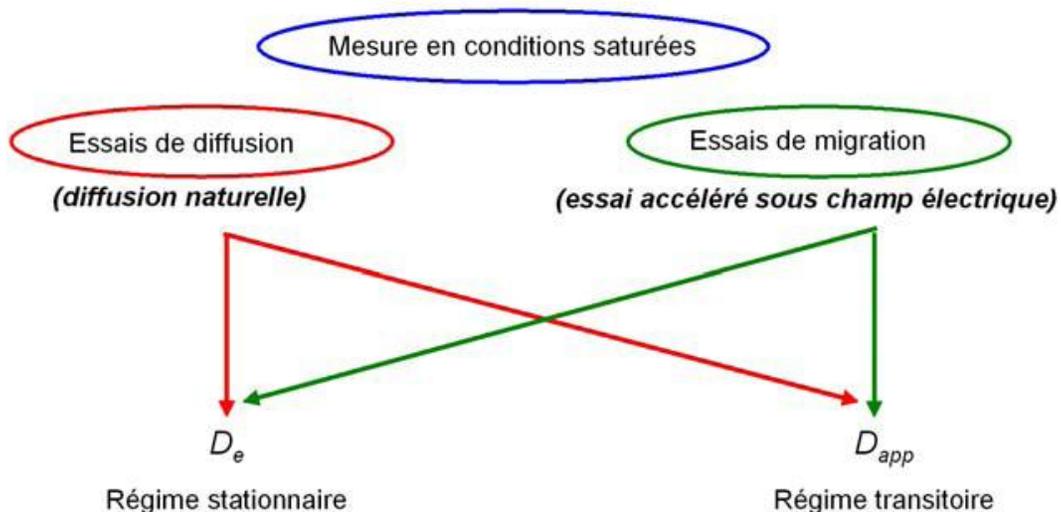
Avec :

D : coefficient de diffusion d'un ion exprimé par (m<sup>2</sup>/s) Le coefficient de diffusion  $D$  de l'ion en solution est une grandeur qui inclut des paramètres liés notamment à la mobilité de l'ion et donc à son diamètre et à la force ionique de la solution. Si l'on considère que le volume élémentaire représentatif est cette fois-ci le milieu poreux, d'autres paramètres tels que la tortuosité ou la

connectivité du réseau influent alors sur le mouvement de l'ion au sein du milieu poreux [ROZ, 07].

### ✓ DETERMINATION DU COEFFICIENT DE DIFFUSION

Afin de prédire la durabilité potentielle d'une structure, le coefficient de diffusion demeure un paramètre fondamental pour comprendre les phénomènes de transport des chlorures dans les matériaux cimentaires comme le béton. Ces dernières années, les chercheurs tentent toujours à améliorer les méthodes expérimentales ainsi que les moyens en vue de réduire la durée des essais de diffusion. La mesure de ce paramètre en condition saturée peut s'effectuer comme indiqué dans la figure I.7.



**Figure I.7.** Organigramme des méthodes de mesure du coefficient de diffusion des chlorures [DEB, 08]

- ✚ **Le régime stationnaire ou permanent** considéré lorsque les interactions entre la matrice cimentaire et les ions chlorures on atteint l'équilibre et n'interfèrent plus sur le flux des ions chlorures traversant le béton. Le coefficient de diffusion du béton est, dans ce cas, désigné effectif ( $D_{eff}$ ) et déterminé à partir de ce flux constant d'ions chlorures en application de l'équation de Nerst-Planck [GRA, 07].
- ✚ **Le régime transitoire** au cours duquel les interactions entre la matrice cimentaire et les ions chlorures sont en évolution et interfèrent sur le flux des ions chlorures traversant le béton. Le coefficient de diffusion du béton est, dans ce cas, désigné apparent ( $D_{app}$ ). Ce dernier est

déterminé à partir de la profondeur du front de pénétration des ions chlorures dans l'échantillon du béton suivant la méthodologie proposé par L. Tang [GRA, 07].

**I.3.1. Diffusion en régime stationnaire**

Dans ce type d'essai, le flux de pénétration des ions chlores devient constant et s'effectue à travers la solution interstitielle contenue dans les pores. Le coefficient de diffusion effectif peut être obtenu à partir de l'équation (I.12)

$$D_{ediff} = -\frac{J_d}{\frac{\partial c_f}{\partial x}} \dots\dots\dots(I.12)$$

Avec :

$c_f$  : concentration en chlorures libres par unité de masse de solution,

Si on prend en considération la structure poreuse du béton, l'équation (I.12) devient :

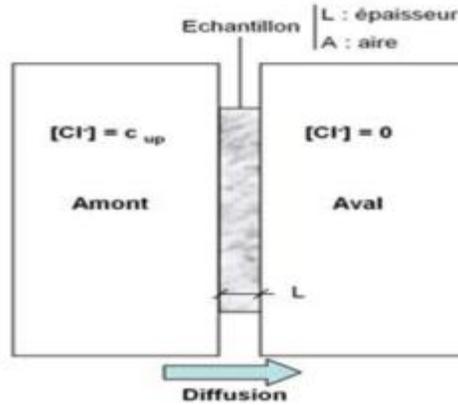
$$\frac{D_{ediff}}{p} = -\frac{1}{p} \frac{J_d}{\frac{\partial c_f}{\partial x}} \dots\dots\dots(I.13)$$

Où  $p$  : porosité du béton

Afin de caractériser la diffusion des ions chlorures dans la solution au niveau des pores du béton, on peut définir le coefficient de diffusion intrinsèque noté  $D_x$  par la relation suivante :

$$D_x = \frac{D_{ediff}}{p} \dots\dots\dots(I.14)$$

Le coefficient de diffusion peut être directement obtenu à partir d'un essai de diffusion en régime stationnaire, en appliquant la première loi de Fick. Il est à préciser que ces essais sont particulièrement longs et deviennent donc impraticables avec des matériaux peu poreux.



**Figure I.8** Schéma d'une cellule de diffusion [DEB, 08]

Ces essais consistent à déterminer la quantité d'ions chlorures qui traversent un échantillon du compartiment amont au compartiment aval. Par dosages chimiques réguliers du compartiment aval, on doit mesurer à chaque fois le flux de chlorures ayant traversé l'échantillon.

Du fait de l'appauvrissement du compartiment amont et de l'enrichissement du compartiment aval en chlorures, un renouvellement des solutions amont et aval est généralement réalisé lors des prélèvements effectués pour doser les chlorures. Les conditions aux limites sont ainsi maintenues les plus stables possibles [QNGU, 07].

La partie linéaire de la courbe représentée sur la figure I.9, représente le régime permanent au bout d'un certain temps d'essai. Nous pouvons ainsi calculer le coefficient de diffusion effectif en utilisant la première loi de Fick .

$$D_{ediff} = \frac{L}{C_p} J_d \dots\dots\dots (I.15)$$

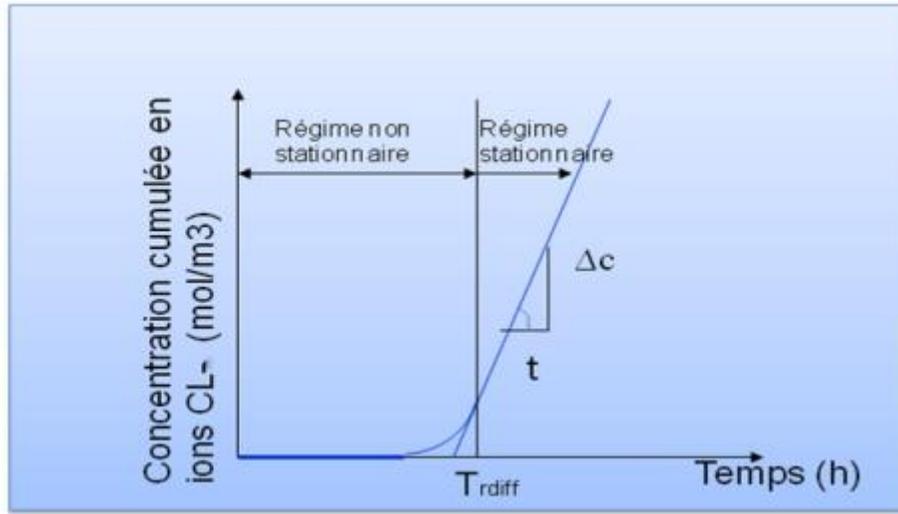
Le flux des ions chlorures  $J$  est exprimé par l'équation I.16 :

$$J_d = \frac{\Delta c_f}{t} \dots\dots\dots (I.16)$$

Avec :

- $J_d$ : flux effectif en régime stationnaire (mol/m<sup>2</sup>.s)
- $D_{ediff}$  : coefficient de diffusion (m<sup>2</sup>/s) (représente la pente de la partie linéaire de la courbe)
- $C_p$  : concentration de l'espèce diffusante (mol/m<sup>3</sup>),
- $L$  : épaisseur de l'échantillon (m),

$\Delta c_f$ : différence de concentration des ions chlores traversant la section apparente du matériau pendant l'intervalle de temps t (voir figure I.9).



**Figure I.9.** Evolution de la concentration cumulée en ions chlores dans le compartiment aval en fonction du temps [NUG, 02]

La durée de cet essai dépend de l'épaisseur de l'échantillon et des caractéristiques du béton à savoir :

- le type de ciment,
- le rapport E/C,
- la taille des granulats.

La durée de la phase du régime stationnaire est évaluée suivant le temps de retard  $T_{rdiff}$ . La quantité cumulée des ions chlores  $Q(t)$  diffusée dans le compartiment aval, exprimée par la relation (I.16), est obtenue à partir de la première loi de Fick et de l'équation de conservation de la matière [BIG, 94 Cité par DJE, 07].

$$\frac{Q(t)L}{C_0} = D_{ediff}t - \frac{\alpha L^2}{6} - \frac{2\alpha L^2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \exp\left(-D_{ediff} \frac{n^2 \pi^2}{\alpha L^2} t\right) \dots\dots\dots (I.17)$$

Avec :

$\alpha$  : facteur de retard qui dépend des isothermes d'interaction.

Cette quantité cumulée présente donc une asymptote linéaire en fonction du temps et on peut l'écrire, lorsque le régime est stationnaire (t suffisamment grand) :

$$\frac{Q(t)L}{C_0} = D_{ediff}t - \frac{\alpha L^2}{6} \dots\dots\dots (I.18)$$

Le temps de retard  $T_{rdiff}$  s'écrit :

$$T_{rdiff} = \frac{\alpha L^2}{6D_{ediff}} \dots\dots\dots (I.19)$$

L'interprétation des résultats de l'essai de diffusion en régime stationnaire repose sur quelques hypothèses :

- la différence de concentration entre le compartiment amont et aval reste constante au cours de l'essai,
- il n'y a pas de potentiel local induit par les particules chargées,
- il n'y a pas d'interaction entre les flux des différents ions,
- l'activité ionique de la solution est négligeable.

Compte tenu de la durée d'essai qui peut atteindre plusieurs années pour les bétons, cet essai est réservé aux pâtes de ciment et aux mortiers [DJE, 07].

Pour diminuer la durée de l'essai de diffusion, deux possibilités sont envisageables :

- augmenter le gradient de concentration,
- Et/ou évaluer le coefficient de diffusion en régime transitoire.

**I.3.2. Diffusion en régime transitoire**

Les chlorures peuvent interagir avec la matrice cimentaire. Dans un volume d'échantillon donné de béton, la concentration totale  $C_t$  en chlorure est définie par :

$$c_t = pc_f + (1 - p) \rho_s c_b \dots\dots\dots (I.20)$$

Avec :

$\rho_s$  : masse volumique du solide,

$c_b$  : concentration en chlorures liés à la matrice par unité de masse du matériau.

Ces interactions qui privent les chlorures de tout mouvement par rapport à la matrice cimentaire, résultent d'interactions physiques et chimiques :

- ✓ **Les interactions physiques** : adsorption de chlorures sur la surface de la phase solide C-H-S
- ✓ **Les interactions chimiques** : formation des sels de Friedel ( $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{O}_6\text{Cl}_2, 10\text{H}_2\text{O}$ )

En utilisant la relation (I. 20), l'accroissement du diffusant en fonction du temps est définie par l'équation de conservation suivante :

$$\frac{\partial c_f}{\partial t} = \frac{\partial J_d}{\partial x} = D_{ediff} \frac{\partial^2 c_f}{\partial x^2} \dots\dots\dots (I.21)$$

En remplaçant l'équation (I. 20) dans (I. 21), on obtient la 2<sup>ème</sup> loi de Fick :

$$\frac{\partial c_f}{\partial t} = \frac{D_{ediff}}{p+(1-p) \rho_s \frac{\partial c_b}{\partial c_f}} \frac{\partial^2 c_f}{\partial x^2} = D_{adiff} \frac{\partial^2 c_f}{\partial x^2} \dots\dots\dots (I.22)$$

Avec :

$D_{adiff}$  : coefficient de diffusion apparent déterminé en régime non stationnaire ( $\text{m}^2/\text{s}$ ),

$\frac{\partial c_b}{\partial c_f}$  : capacité de fixation du béton.

Le facteur de retard  $\alpha$  est exprimé par la relation suivante :

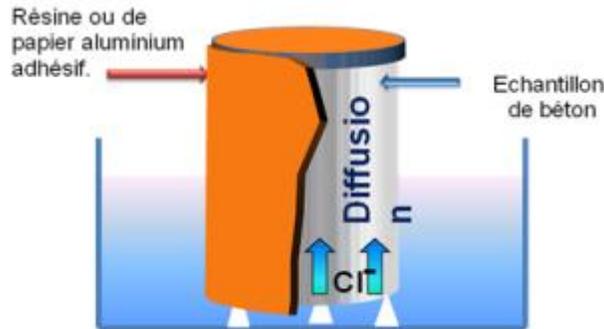
$$\alpha = p + (1 - p) \rho_s \frac{\partial c_b}{\partial c_f} \dots\dots\dots (I.23)$$

Le coefficient de diffusion apparent est exprimé alors par :

$$D_{adiff} = \frac{D_{ediff}}{\alpha} \dots\dots\dots (I.24)$$

L'étude de la diffusion en régime transitoire consiste à placer un échantillon de béton saturé en immersion dans une solution à forte concentration en chlorures. L'éprouvette est placée dans

une enceinte fermée de telle sorte qu'une seule face soit en contact avec la solution saline. Les autres faces sont recouvertes de résine ou de papier aluminium adhésif. La température est maintenue constante ( $T = 20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ).



**Figure I.10.** Schéma de Principe de l'essai d'immersion inspiré de [DEB, 08]

A une échéance donnée, l'éprouvette est sortie de l'enceinte et des prélèvements (parallèlement à la surface exposée) sont effectués à diverses profondeurs, afin de récolter des échantillons sous forme de poudre pour mesurer après les concentrations.

A partir de ce profil, la solution analytique de la seconde loi de Fick en milieu semi-infini est ajustée au profil expérimental (figure I.11) où trois paramètres de calage sont nécessaires dont le coefficient de diffusion recherché.

Le coefficient de diffusion apparent  $D_{adiff}$  (en  $\text{m}^2 \text{ s}^{-1}$ ) est déterminé à partir de l'équation (I.24). Solution particulière de la seconde loi de Fick, cette relation relie « la racine carrée de la concentration en chlorure libres » à la profondeur :

$$C(x, t) = C_i + (C_s - C_i) \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{D_{adiff}t}}\right) \dots\dots\dots (I.25)$$

Avec :

$C(x, t)$  : quantité de chlorures totaux (mol/kg de béton) au temps  $t$  (s) et à l'abscisse  $x$  (m),

$C_s$  : concentration en surface de l'échantillon (mol/kg de béton),

$C_i$  : concentration initiale dans l'échantillon (mol/kg de béton),

$D_a$  : coefficient de diffusion apparent ( $\text{m}^2/\text{s}$ ),

$t$  : durée de l'immersion (s),

x : profondeur de pénétration (m),  
 erf : fonction erreur.

Du fait que l'équation (I. 24) est une solution de la seconde loi de Fick qui caractérise une diffusion pure sans interaction chlorures-matrice, le coefficient de diffusion  $D_{\text{adiff}}$  doit être préférentiellement déterminée même si les résultats obtenus à partir des deux types de chlorures sont voisins [DJE, 07].

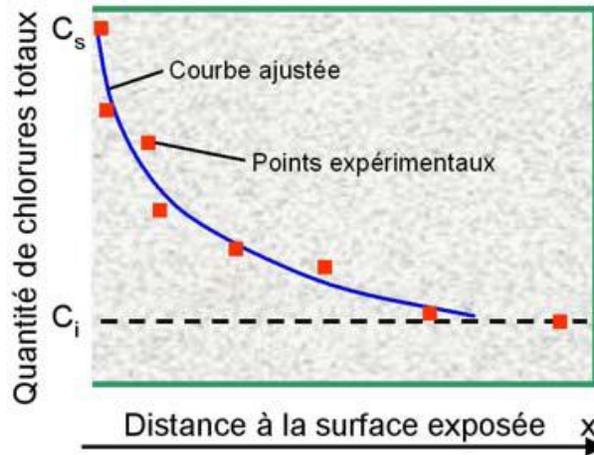


Figure I.11 Profil en chlorures dans le béton après immersion [DEB, 2008]

**I.4. LA MIGRATION**

La migration désigne le transport des ions sous l'influence d'un champ électrique. Il s'agit aussi d'une généralisation du transport par diffusion.

Dans une solution pure, sous l'action d'un gradient de potentiel électrique, les ions migrent avec une vitesse moyenne  $v_m$  :

$$v_m = u \frac{\partial \phi}{\partial x} \dots\dots\dots (I.26)$$

La mobilité de l'ion considéré, u peut être évaluée selon la relation d'Einstein (Equation I.27) :

$$u = D \frac{zF}{RT} \dots\dots\dots (I.27)$$

Avec :

D : coefficient de diffusion de l'ion considéré dans une solution infiniment diluée,  
 z : valence de l'ion considéré,  
 F : constante de Faraday (96480 j/v.mol).

C'est une hypothèse forte car cette relation est bien respectée pour les solutions très diluées ; ce qui n'est pas le cas pour une solution contenue dans les pores du béton ou par exemple l'eau de mer.

Si n : densité d'ions chlores contenues dans la solution,

$\Delta t$  : intervalle de temps pendant les quelles les ions chlores passent à travers l'aire S,

$(Sv_m\Delta t).n$  : est alors le nombre d'ions passés à travers la section S.

$J_m$  : le flux des ions chlores passant à travers cette aire S peut s'écrire :

$$J_m = \frac{(Sv_m\Delta t)n}{A\Delta t} = nv_m \left( \frac{\text{nbreCl}^-}{m_{sol}^2.S} \right) \dots\dots\dots (I.28)$$

En mettant les équations (I. 26) et (I. 27) dans l'équation (I. 28), nous avons :

$$J_m = C_f \cdot D \frac{zF}{RT} \frac{\partial \phi}{\partial x} \left( \frac{\text{Kg Cl}^-}{m_{sol}^2.S} \right) \dots\dots\dots (I.29)$$

Supposant que le champ électrique est constant :

$$\frac{\partial \phi}{\partial x} = \frac{E}{L} \dots\dots\dots (I.30)$$

D'où :

$$J_m = D \frac{zFE}{RTL} C_f \dots\dots\dots (I.31)$$

Le flux d'ions dans la solution contenue dans les pores du béton est :

$$J_{0m} = D_x \frac{zFE}{RTL} C_f \dots\dots\dots (I.32)$$

Avec :

$J_{0m}$  : flux à travers une unité d'aire de solution.

**I.4.1. Migration en régime stationnaire**

Pour évaluer le coefficient de diffusion en régime stationnaire  $D_{emig}$ , la méthode expérimentale est similaire à celle de l'essai de diffusion mais avec application d'un champ électrique (voir en détail l'essai au chapitre II). Lors de l'essai de migration la pénétration des ions chlores s'effectue par deux processus, par diffusion sous l'effet du gradient de concentration décrit par l'équation (I.26) et par migration sous l'effet d'un champ électrique décrit par l'équation (I.27). La relation de Nernst Planck I. présente une combinaison de ces deux processus, dans le cas d'un béton saturé :

$$J = -D \frac{\partial c_f}{\partial x} + V c_f \dots\dots\dots (I.33)$$

Avec :

$$V = \frac{z_{cl} FE}{RTL} D \quad (\text{diffusion due au champ électrique}) \dots\dots\dots (I.34)$$

En régime stationnaire, le flux d'ion est constant, l'application d'un champ électrique suffisamment important supérieur à 10V permet de négliger le terme relatif à la diffusion naturelle par rapport aux flux dû au champ électrique. De ce fait, le coefficient de diffusion  $D_{emig}$  est déterminé par la relation (I. 25), si on considère que la concentration est indépendante du temps et de l'espace et la concentration contenue dans les pores du béton reste constante et égale à  $C_0$  :

$$D_{amig} = \frac{RLT}{zFEc_0} J \dots\dots\dots (I.35)$$

Pour maintenir les conditions aux limites constantes, il faut éviter la diminution de la concentration des ions chlores dans la solution amont pendant l'essai, soit :

- en augmentant le volume du compartiment amont afin qu'il soit suffisamment grand,
- que le temps d'essai doit être relativement court.

Plusieurs méthodes permettent d'obtenir le flux d'ions chlores à travers le béton que nous allons développer dans le chapitre II.

**I.4.2. Migration en régime transitoire**

Le processus en régime non stationnaire est définit par :

$$\frac{\partial c_t}{\partial t} = -\frac{\partial J_m}{\partial x} = -D_{amig} \frac{zFE}{RTL} \frac{\partial c_f}{\partial x} \dots\dots\dots (I.36)$$

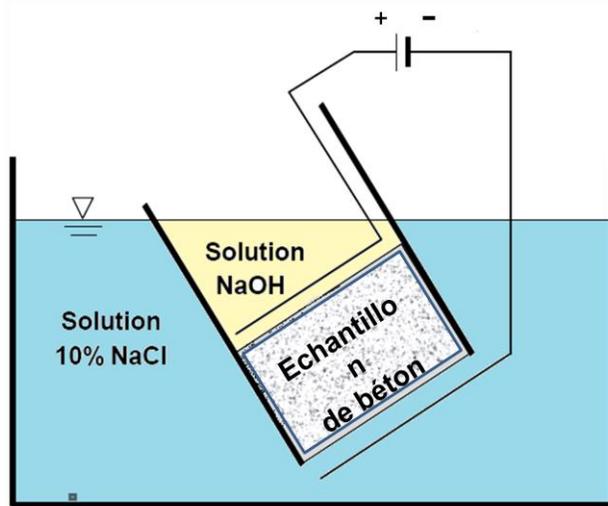
En insérant l'équation (I.19) dans (I.35), on obtient :

$$\frac{\partial c_f}{\partial t} = t \frac{D_{amig}}{p+(1-p) \rho s} \frac{zFE}{RT} \frac{\partial c_f}{\partial x} = x D_{amig} \frac{zFE}{RT} \frac{\partial c_f}{\partial x} \dots\dots\dots (I.37)$$

Avec :

$D_{amig}$  : coefficient de diffusion apparent obtenu en régime non stationnaire par essai de migration ( $m^2/s$ ).

Tang et Nilson [TAN, 96] ont développé un test rapide appelé CTH Rapid Method qui permet d'évaluer le coefficient de diffusion apparent durant l'essai de migration. Le principe consiste à déterminer ce coefficient sur une éprouvette de 50 mm d'épaisseur dont la surface extérieure est recouverte d'une bande scellante de 150 mm de largeur. Cette bande scellante doit dépasser de 100 mm les cotés de l'éprouvette pour retenir 150 ml de solution d'eau saturée en  $Ca(OH)_2$  lors de l'essai. L'éprouvette scellée est d'abord immergée dans une solution contenant 3% de NaCl et saturée en  $Ca(OH)_2$  (Figure I.12). Une différence de potentiel de 30 V est appliquée à travers le cylindre pour un temps donné, pendant lequel on enregistre la température de la solution et le courant électrique. Après l'essai, le cylindre est scié en deux le long de leur axe longitudinal pour mesurer la profondeur de pénétration des ions à l'aide de la technique de colorimétrie au nitrate d'argent.



**Figure I.12** Schéma de principe de la cellule de migration conçue par Tang et Nilson [TAN, 96]

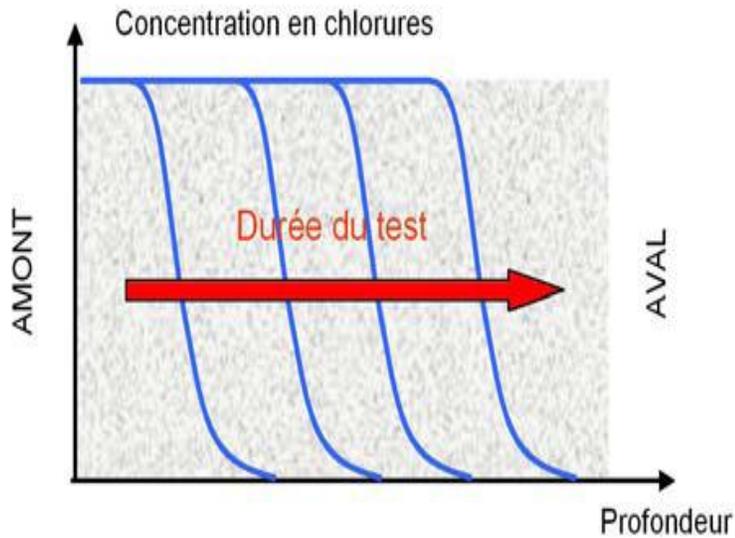
En considérant le processus de migration unidirectionnel ; la variation de concentration en fonction de la profondeur x donne le profil de concentration théorique (figure I.13). Pour chaque profondeur limite des chlorures  $X_d$  et pour un temps donné, le profil de concentration possède un point d'inflexion  $X_f$  dont l'expression est tirée de l'équation suivante :

$$X_f = X_d - X\sqrt{X_d} \dots\dots\dots (I.38)$$

Avec :

$x_d$  : concentration limite de l'indice colorimétrique.

$$x = 2 \sqrt{\frac{RLT}{zFE}} \operatorname{erf}^{-1}\left(1 - \frac{2c_d}{c_0}\right) \dots\dots\dots (I.39)$$



**Figure I.13** Allure du profil de concentration selon Tang et Nilson [TAN, 96 cité par DEB, 06]

Pour une durée de test t, le front de pénétration des chlorures se déplace jusqu'à une profondeur  $x_f$  et la concentration en chlorures libres de ce front ne peut pas dépasser  $C_0$  (concentration de la solution contenue dans les pores du béton). La relation (I.37) devient :

$$D_{amig} = \frac{D_{amig}}{p+(1-p) \rho \frac{\int_0^{c_b} dc_h}{\int_0^{c_0} \gamma b c_0 dc_f}} = \frac{RTL \int_0^x dx}{zFE \int_0^t dt} \dots\dots\dots (I.40)$$

$$D_{amig} = \frac{D_{amig}}{p+(1-p) \rho \frac{c_b}{\gamma b c_0}} = \frac{RTL x_f}{zFE t} \dots\dots\dots (I.41)$$

Avec :

$\gamma_b$  : Constante d'interaction pour un test en régime non stationnaire ( $0 < \gamma_b < 1$ )

le coefficient  $D_{amig}$  est alors calculé par la relation (I. 41) :

$$D_{amig} = \frac{RTL x_d - x \sqrt{x_d}}{zFE t} \dots\dots\dots (I.42)$$

## I.5. LES CHLORURES DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES

### I.5.1. Chlorures libres

Au sein d'un milieu poreux, les espèces pouvant se déplacer sont :

- ✓ le fluide au sein de la porosité
- ✓ les ions au sein du fluide [GUI, 04].

Sous gradient de concentration, le transport des **chlorures libres** dans la phase liquide, est identique à celui de la vapeur dans l'air. Leur mouvement dans un milieu poreux est lié à celui de la phase liquide. Lorsqu'il y'a une discontinuité de la phase liquide (annulation de la perméabilité au liquide), ces ions resteront prisonniers dans les îlots, considérés comme un seuil de transfert pour ces espèces. Il est à noter que seuls les chlorures libres peuvent diffuser et jouer un rôle actif dans le processus de dépasseivation et de corrosion des armatures.

### I. 5.2. Chlorures fixés

Les chlorures liés ou "fixés" au squelette solide peuvent revêtir des formes multiples. Les auteurs ont donc coutume de les regrouper dans une phase unique sous l'appellation de chlorures "fixés. Ainsi la capacité de fixation des ions chlores par la pâte dépend de plusieurs facteurs [NIL, 97 ; FRA, 98 ; TRU, 00 cités par MAH, 06] qui sont :

- **La concentration en chlorures libres** : la fixation des chlorures augmente avec la concentration de ces chlorures dans la solution des pores. Comme nous le montre la courbe d'isotherme de fixation globale (figure I.14).

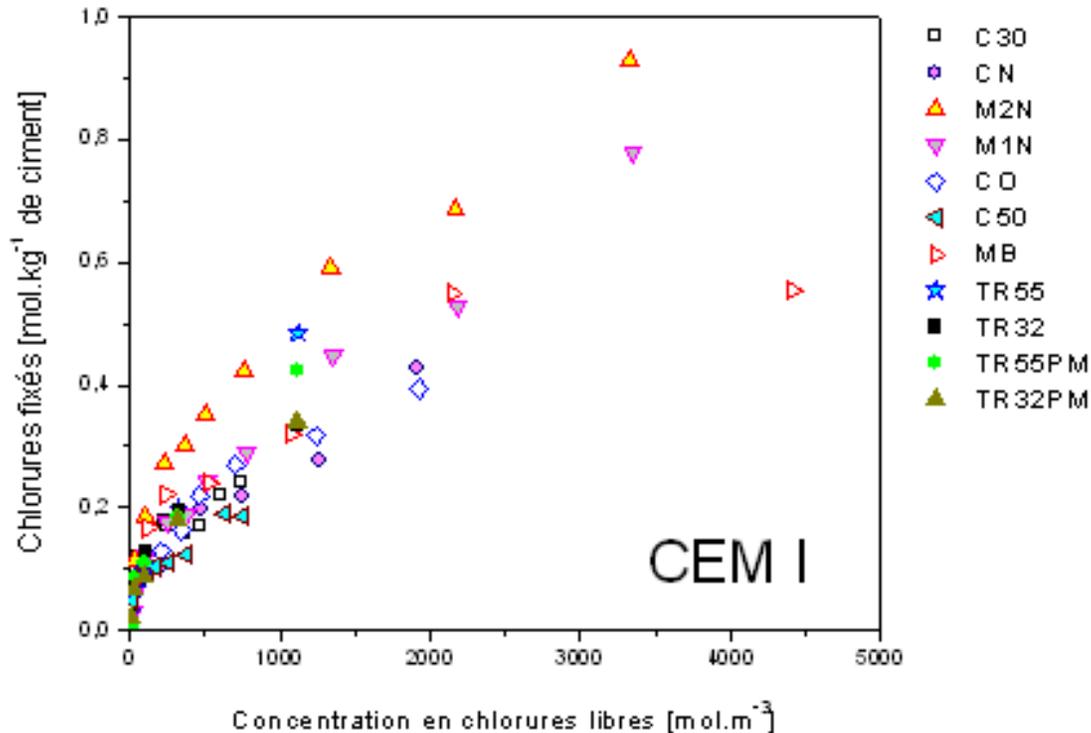


Figure I.14: Synthèse des isothermes d'interaction obtenues sur différents matériaux à base de ciment CEM I (pâtes de ciment : C30, C50 et CN, CO [mortiers M1N, M2N, MB ; bétons TR55, TR32, TR55PM, TR32PM) [QNGU, 07].

Cette figure représente les isothermes de fixation des chlorures obtenus pour différents matériaux et à différentes échéances. Les courbes de tendance démontrent la non-linéarité de la relation qui décrit la capacité de fixation des ions chlorures de la matrice cimentaire. On remarque que ces courbes ne dépendent pas seulement de la teneur en ciment dans le matériau mais encore du rapport E/C et de l'âge du matériau. Autrement dit, la capacité de la fixation des chlorures dépend de la teneur des hydrates dans le matériau. Ce phénomène peut être expliqué par la traduction de la coexistence des deux types de fixation ( $C_3A$  et C-S-H). Il est cependant très difficile de dissocier expérimentalement les différentes formes de chlorures liés [QNGU, 07].

- **La quantité de liant** : la quantité de chlorures fixée est une fonction linéaire de la quantité de liant [MAH, 06].
- **La surface spécifique** : plus la surface spécifique du ciment est grande, plus le nombre de sites de fixation est grand [MAH, 06].
- **La température** : l'élévation en température tend à diminuer la fixation des chlorures (voir paragraphe I.6.4).
- **La présence d'autres espèces ioniques** : particulièrement les hydroxydes et les alcalins. L'augmentation du pH diminue la fixation des chlorures. De plus, la quantité de chlorures fixée est différente selon le type des cations associés aux chlorures. Deux types de fixation des chlorures peuvent être distingués [MAH, 06] :
  - Les chlorures adsorbés sur les gels de C-S-H,
  - Les chlorures fixés par les aluminates.

Dans la littérature, plusieurs équations de la fonction  $m_{cB} = f(c_{cF})$  ont été proposées. Les plus couramment citées sont [ROZ, 07]:

- L'isotherme de Freundlich :  $M_{cIB} = a c_{cIF}^y$  avec  $0 \leq y \leq 1$
- L'isotherme de Langmuir :  $M_{cIB} = b \frac{k c_{cIF}}{1 + k c_{cIF}}$

Avec :

$m_{cF}$  : teneur volumique en chlorures libres,

$m_{cB}$  : teneur volumique en chlorures liés,

$M_{cIB}$  : masse d'ions chlores fixés par unité de masse du solide,

$c_{cIF}$  : concentration en chlorures libres dans la solution interstitielle,

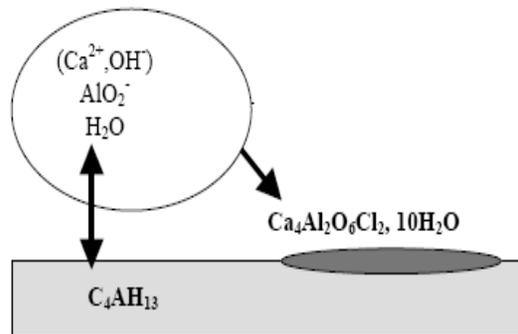
a, b et k : représentant des paramètres relatifs à la nature des matériaux.

### a) Chlorures et gels de C-S-H

Les gels de C-S-H sont le siège d'une adsorption physico-chimique des chlorures ainsi que d'un piégeage au sein des feuillettes. L'adsorption possédant une faible énergie d'activation et une faible chaleur de réaction, elle est très facilement réversible. Les chlorures intercalés dans les feuillettes sont probablement beaucoup plus fermement liés [MAH, 06].

### b) Chlorures et aluminates

Les études de plusieurs recherches montrent que parmi les quatre phases majeures d'un ciment Portland ( $C_3A$ ,  $C_4AF$ ,  $C_3S$  et  $C_2S$ ), les aluminates  $C_3A$  et les alumino-ferrites  $C_4AF$  sont les phases responsables de la liaison chimique des chlorures. En effet, les aluminates de calcium de la pâte de ciment hydratée se combinent avec les ions chlores pour former les chloro-aluminates, dont le plus courant est le monochloro-aluminate ou sel de Friedel de formule  $Ca_4Al_2O_6Cl_2, 10H_2O$  (figure I.14).



**Figure I.15** Mécanisme de formation du monochloro-aluminate [HYV, 09].

Cependant, une augmentation de la quantité de sulfate au sein de la pâte de ciment durcie tend à réduire ces liaisons avec les chlorures. Les sulfates se lient plus facilement aux  $C_3A$  que les chlorures. Les  $C_3A$ ,  $C_4AF$  et les sulfates sont donc les principaux paramètres influents sur la liaison chimique des chlorures [HYV, 09].

### c) Chlorures cristallisés

Localement dans le milieu poreux, la concentration en chlorures de la solution interstitielle peut atteindre la limite de solubilité de cristaux tels que  $NaCl$  ou  $CaCl_2$ . Il y a donc possibilité de précipitation de sels dans le réseau. On peut considérer ces chlorures comme « fixés », à condition qu'on puisse effectivement les considérer comme immobiles et liés au squelette solide [HYV, 09].

#### I.5.3. Détermination de la quantité de chlorures fixés

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la quantité de chlorures fixés. On va présenter deux méthodes brièvement.

### **a. Méthode d'équilibre**

Cette méthode a été développée par Tang et Nilsson en 1993. Le principe consiste à exposer une petite quantité de poudre à une solution de chlorures de concentration connue. La différence entre la concentration initiale de la solution et la concentration après l'équilibre, donne la teneur des chlorures fixés.

### **b. Technique d'extraction de la solution des pores**

Le principe de la technique consiste à mouler des échantillons de béton avec une certaine quantité de chlorures ajoutée à l'eau de gâchage ou les soumettre à un essai d'immersion jusqu'à la répartition uniforme des chlorures dans l'échantillon. Quelques millilitres de la solution des pores sont extraits par compression de l'échantillon dans un équipement spécial équivalent à une presse de compression [ROZ, 07].

## **I.6. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LE TRANSPORT DANS UN MATERIAU CIMENTAIRE**

La diffusion est caractérisée par la mobilité des espèces à l'échelle moléculaire, qui dépend de la température. Or, les structures au contact avec des chlorures sont dans des environnements soumis aux variations de température entre l'hiver et l'été, le jour et la nuit. De plus, dans le cas des ouvrages implantés dans les villes côtières à travers l'Algérie, la température du climat peut atteindre des valeurs très élevées. Ceci a motivé notre recherche vers l'étude de la réponse d'un béton ordinaire à base de matériaux locaux soumis à différents niveaux de température. Les températures étudiées sont 0, 20 et 40 °C.

En ce qui concerne la température, les travaux trouvés dans la littérature traitent plutôt de l'influence de la température de cure sur le comportement des matériaux. Il existe très peu de recherches qui étudient l'influence de la température ambiante sur le transport dans un matériau cimentaire.

Il existe deux directions de recherche concernant l'influence de la température sur le transport des chlorures :

- ✓ l'influence de la température de cure initiale (la température influe fortement sur l'hydratation et le durcissement des matériaux),
- ✓ l'influence de la température d'essai, c'est-à-dire la température d'environnement (au moment où les matériaux atteignent un certain degré d'hydratation).

Dans le cadre de ce travail, nous ne nous intéressons qu'au dernier cas.

### I.6.1. Effet de la température sur la porosité du béton

Les transformations physico-chimiques, dont la décomposition du gel C-S-H, et la fissuration thermique due à l'incompatibilité des déformations thermiques, modifient la géométrie de la structure poreuse du béton. Le départ de l'eau, sans modifier la porosité totale, augmente le volume de pores accessibles à la phase gazeuse par rapport à la phase liquide. Cependant, la fissuration thermique, accompagnée d'un élargissement des pores, participe à l'augmentation de la porosité totale. Par ailleurs, avec l'augmentation de la porosité, la résistance mécanique diminue [Bazant et Kaplan, 1996, Vodak et al., 2004 cités par CHO, 06].

Pour décrire l'évolution de la porosité  $p$  avec la température  $T$ , Dal Pont (2004) utilise une relation initialement proposée par Schneider et Herbst (1989), retenue également par Gawin (2003) [DAL, 04] :

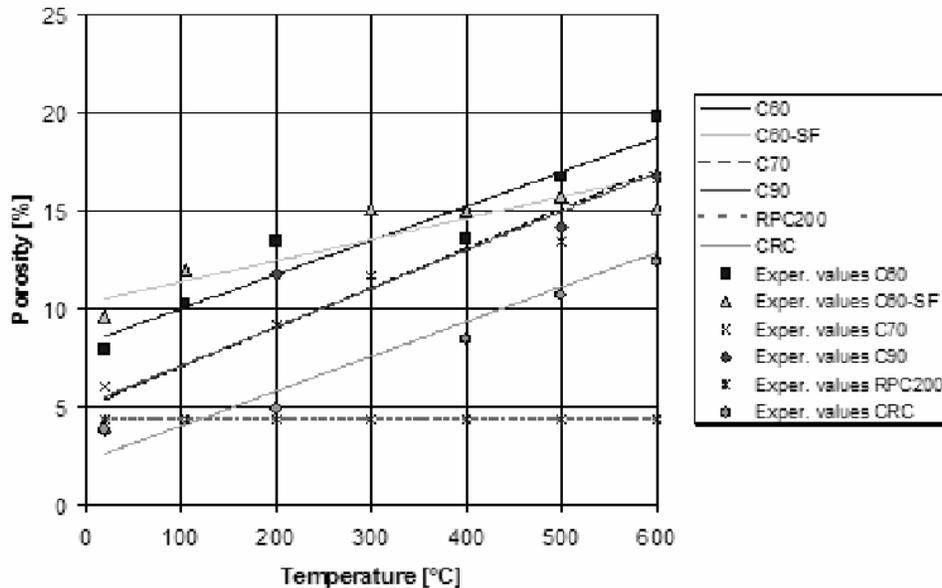
$$p = p_0 + A_n(T - T_0) \dots\dots\dots(1.43)$$

Où :

$p_0$  : porosité initiale déterminée à la température  $T_0$

$A_n$  : coefficient dépendant du type de béton.

L'évolution de la porosité, obtenue expérimentalement et à partir de la relation (1.43) sur plusieurs types de béton, est montrée sur la Figure I.16 [Dal Pont, 2004 cité par CHO, 06].



**Figure I.16** Valeurs expérimentales et approximation de la porosité pour différents bétons sous l'effet de la variation de la température [DAL, 04]

A travers la figure I.16, nous constatons que la porosité augmente en fonction du gradient thermique pour l'ensemble des bétons. La porosité est donc en évolution dès que la taille des pores augmente [DAL, 04].

Les différents phénomènes qu'on peut observer dans le réseau poreux, sont liés à la température maximale atteinte. A des températures pas trop élevées, jusqu'à environ 300°C, la variation des pores est due à la décomposition de la pâte de ciment suite à la déshydratation. Au-delà de cette température, et en particulier lorsqu'on dépasse 500° C, le changement de la porosité est lié aussi à la désintégration des agrégats calcaires. La porosité est aussi affectée par le changement de volume : en général, on peut observer une expansion de la pâte de ciment entre 20 et 200° C. Au delà de 200° C, on observe une expansion des granulats limitée par le retrait de la pâte de ciment [DAL, 04] .

Suite aux recherches élaborées par E. Gallucci [GAL, 06] dans le but d'étudier l'influence de la température sur le développement microstructural des bétons et par mesure de la porosité capillaire par analyse d'image, il a été constaté que sur le long terme, la cure en température a pour effet de générer un réseau poreux plus large. On distingue deux périodes : à très jeune âge, plus la température est basse, plus la porosité est élevée. Ceci est lié aux faibles taux d'hydratation mesurés. Très rapidement, on observe une inversion des tendances avec des porosités plus fortes à haute température voir figure I.17.

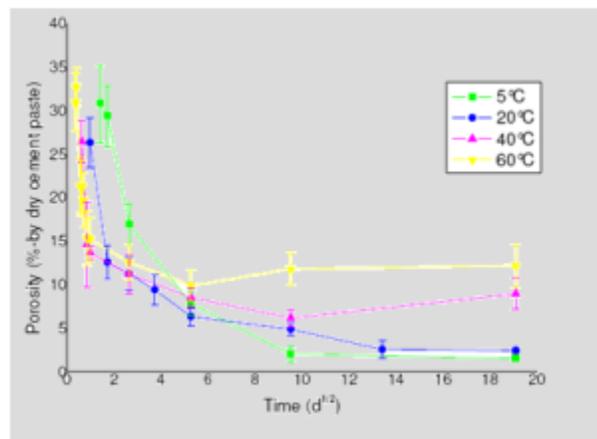


Figure I.17. Evolution de la porosité d'un béton sous l'effet de la température (mesurée par analyse d'image) [GAL, 06].

Vu ce qui précède, on peut conclure que l'élévation de la température engendre une hydratation plus rapide mais qui favorise le développement d'un réseau poreux plus grossier.

### 1.6.2. Effet de la température sur la résistance mécanique du béton

Les résultats des recherches élaborées dans ce sens par Verbeck 1968, Kim en 2002 et Gallucci en 2006 ont montré que, plus la température est élevée, plus le développement de la résistance à jeune âge est rapide (Figure I.18). Après trois jours d'hydratation, la résistance du béton à 20°C rattrape celle des bétons à 40 et 60°C. Après 28 jours, elle les dépasse, alors que le développement du béton à 60° C semble s'arrêter. Après un an, la résistance à 5° C rattrape celle à 20° C. La résistance à 60° C est de 25% inférieure [GAL, 06].

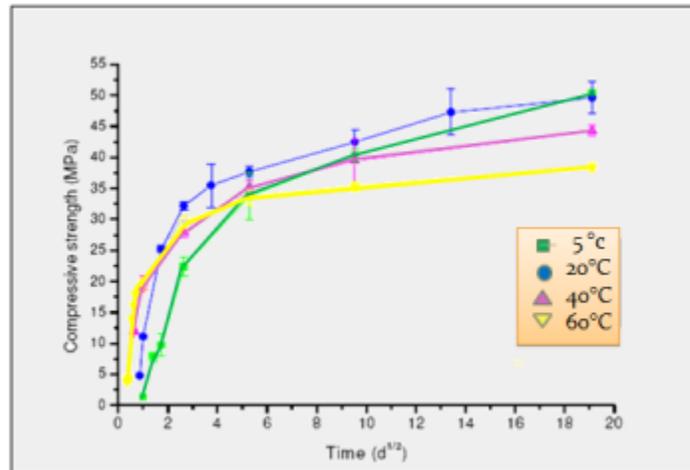


Figure I.18. Développement de résistance des bétons en fonction de la température [GAL, 06]

### I.6.3. Influence de la température d'essai sur la pénétration des ions chlorures dans le béton

Certains auteurs dont notamment C.L. PAGE [PAG, 81] ont utilisé la loi d'Arrhenius (Equation I.44) pour présenter l'évolution du coefficient de diffusion des chlorures en fonction de la température [NGU, 06]:

$$\frac{D_{eff}(T)}{D_{eff}(T_{ref})} = \exp [b_e] \left( \frac{1}{T_{ref}} - \frac{1}{T} \right) \dots\dots\dots(1.44)$$

$$(b_e = \frac{E_a}{R}) \dots\dots\dots(1.45)$$

$D_{eff}(T)$ ,  $D_{eff}(T_{ref})$  : coefficients de diffusion effectifs respectivement à la température T et à la température de référence  $T_{ref}$  [ $m^2/s$ ],

$b_e$  : paramètre de régression,

T : température d'exposition [K],

$T_{ref}$  : température de référence [K],

$E_a$  : énergie d'activation de diffusion de chlorures [J/mol],

R : constante des gaz parfaits ( $R=8,314$  [J/mol K]).

Très peu d'auteurs ont étudié le comportement en température des matériaux cimentaires et il n'existe quasiment pas d'études à l'exception de C.L. PAGE et col. [PAG 81]) sur la diffusion des ions [NGU, 06].

➤ **Essais d'immersion dans des pâtes de ciment**

Afin de vérifier la pertinence de l'équation d'Arrhenius, des études ont été effectuées sur la variation de  $\ln(D)$  en fonction de l'inverse de la température absolue ( $1/T$ ). Des essais d'immersion dans des pâtes de ciment Portland et de ciment Portland avec 35 % de pouzzolanes de Salone ont été réalisés. Les pâtes (E/C = 0,40) ont été soumises à une cure à 25° C dans du sable humide pendant 2 mois, puis un mois supplémentaire dans l'air avant d'être mises en solution de  $\text{CaCl}_2$  de 30 g/kg d'eau. Les températures d'essais préconisées sont 10, 25 et 40°C. Pour les deux pâtes de ciment Portland et de ciment Portland avec ajouts, le coefficient de diffusion apparent augmente avec la température (Tableau 1.01) [NGU, 06].

Après avoir analysé les résultats relatifs au  $D_{\text{app}}$  (coefficient de diffusion apparent) déterminés par M. COLLEPARDI et col. [COL, 72 cité par NGU, 06], il a été constaté :

- L'utilisation des matériaux à base de CEM V permet une meilleure résistance à l'agression des chlorures du fait d'un coefficient de diffusion de l'ordre de dix fois plus faible que celui des CEM I,
- Le coefficient de diffusion des chlorures augmente avec la température, son évolution suit la loi d'Arrhenius,

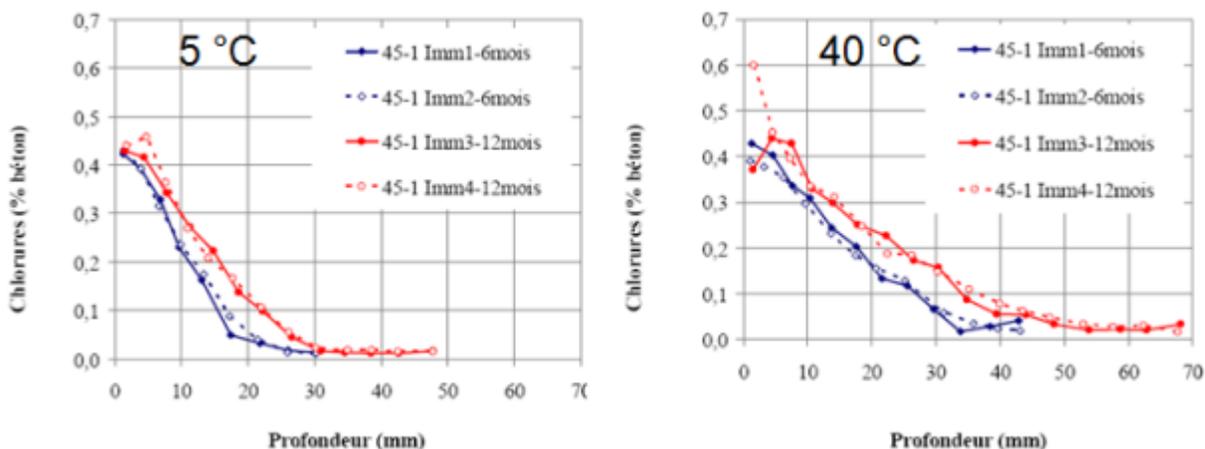
**Tableau 1.1** Coefficient de diffusion apparent des pâtes [COL, 72 cité par NGU, 06]

Température (°C)	$D_{\text{app}}$ ciment Portland ( $10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ )	$D_{\text{app}}$ ciment pouzzolanique ( $10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ )
10	1,23	0,83
25	2,51	0,90
40	4,85	0,97

D'autres essais d'immersion ont été élaborés par Joëlle Perreault-Chabot, Marc Jolin, Éric Samson [PER, 06] sont énoncés dans les graphes de la figure I.19, qui présentent les profils de pénétration des chlorures (béton E/C = 0,45) à 5° C et 40° C à différentes échéances. Les graphiques montrent la concentration en chlorure en pourcentage de la masse de béton en fonction de la profondeur du béton par rapport à la surface exposée. Après 6 mois d'exposition,

la profondeur de pénétration des chlorures est de 25 mm à 5° C et de 43 mm à 40° C. Une augmentation de 35° C accroît donc la pénétration des chlorures de plus de 70%.

En revanche, après un an d'essai, les résultats obtenus ont permis de confirmer cette tendance, puisque le front des ions chlorés a atteint respectivement une profondeur de 31 mm et 57 mm à 5° C et 40° C. On note aussi que la température ne semble pas affecter la teneur en ions chlorés près de la surface exposée. Les variations importantes observées sur les premiers points des deux profils à 12 mois à la Figure I.19 peuvent être attribuées à des erreurs expérimentales ou à des hétérogénéités dans le matériau [PER, 06].

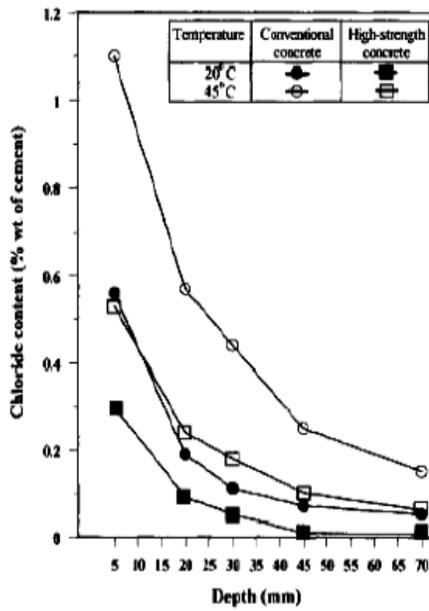


**Figure I.19** Profils expérimentaux de pénétration des chlorures des immersions à 5 et 40° C ( $E/C=0,45$  [PER, 06])

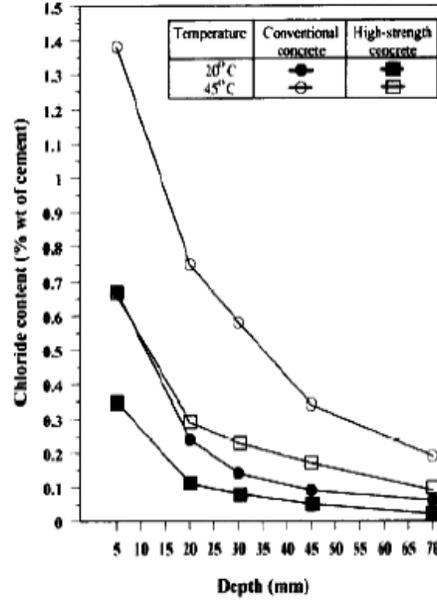
### ➤ Essais d'immersion dans les bétons

Des essais d'immersion ont été menés par [WAH, 97 cité par NGY, 07] sur deux types de bétons, un Portland ordinaire OPC ( $C_3A = 10 \%$ ,  $C_4AF = 10,1 \%$ ) et un ciment Portland à haute résistance aux sulfates SRPC ( $C_3A = 2,8 \%$ ,  $C_4AF = 12,2 \%$ ). Les rapports  $E/C$  sont de 0,39 (béton à haute résistance) et de 0,48 (béton conventionnel). Les bétons ont été conservés à température ambiante pendant 28 jours, ensuite ils ont été maintenus dans une solution de chlorure de sodium à 5 % en masse aux températures 20 et 45° C pendant 180 jours. L'auteur constate que pour tous les rapports  $E/C$ , l'augmentation de la température d'essai accélère la pénétration des chlorures dans le béton (Figure I.20).

L'élévation de la température du béton entraîne un certain nombre de transformations physico-chimiques et microstructurales qui vont alors conduire à un changement des propriétés mécaniques et de transfert [NGU, 06].



E/C = 0,48



E/C = 0,39

**Figure I.20** Influence de la température d'exposition sur la pénétration des chlorures dans le béton [WAH, 97 cité par NGU, 06].

#### 1.6.4. Influence de la température d'essai sur la fixation des chlorures dans un matériau cimentaire

La température influe sur la vitesse des réactions chimiques ainsi que sur l'adsorption des ions, donc la capacité de fixation des chlorures peut être dépendante de la température du point de vue chimique et physique.

Sur la base des essais d'immersion qui ont été pratiqués sur des bétons, il a été constaté que l'influence de la température d'exposition 5, 20, 40° C sur la quantité de chlorures fixés n'est pas significative. D'après C.K. LARSEN, la quantité de chlorures fixés des bétons bien hydratés à 20° C n'est pas influencée par la température (Figure I.21) [LAR, 98 cité par NGU, 06].

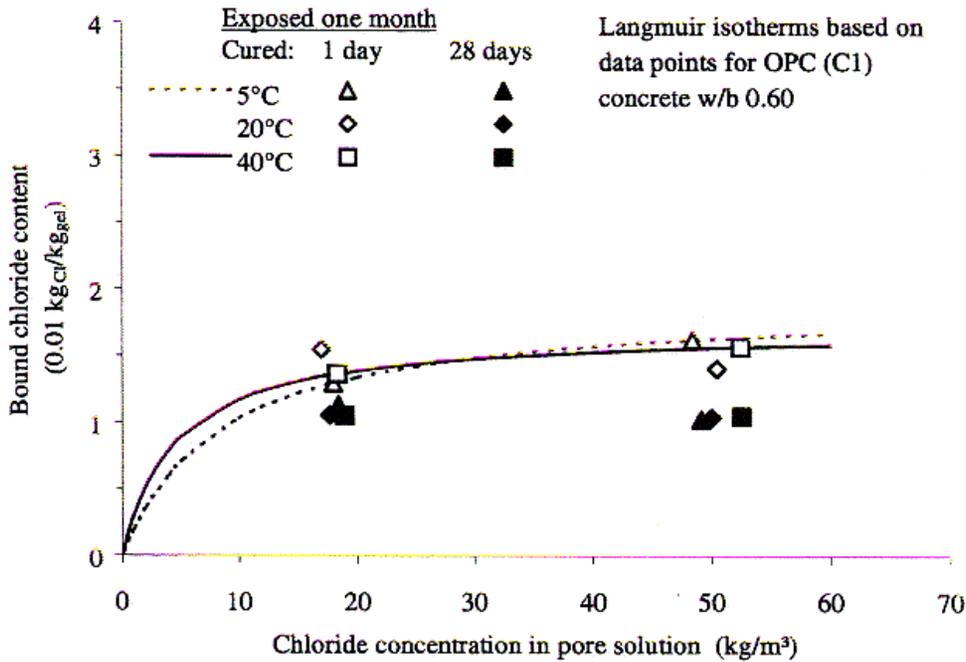


Figure 1.21 Fixation des chlorures d'un béton à base de ciment Portland à différentes températures d'essai 5, 20, 40° C [LAR, 98 cité par NGU, 06]

### I.6.5. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CORROSION DES ACIERS

La variation de la température influence le potentiel de la réaction qui est régi par la loi de Nernst selon l'équation (I. 44).

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \left[ \frac{C_{Ox}}{C_{Red}} \right] \dots \dots \dots (I.44)$$

Où :

$E^0$  : potentiel standard de l'électrode de travail, le métal.

n : nombre d'électrons,

R : constante des gaz parfaits (8,314 J.mol<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>),

F : nombre de Faraday (96500 C/mol),

T : température absolue.

L'augmentation de la température accroît la vitesse de corrosion [LIU, 98 cité par VER, 09]. Ce phénomène peut s'expliquer d'une part par le fait que les processus anodiques (oxydations des composants de l'acier) et cathodiques (réduction des protons en milieu acide) sont activés

thermiquement. Il en résulte un courant d'échange c'est-à-dire une vitesse de corrosion augmentant avec la température. Une élévation de 10 à 20° C multiplie par deux la vitesse de corrosion en situation de corrosion active [VER, 09].

D'autre part, en milieu aéré, une élévation de température facilite la diffusion de l'oxygène dans la solution augmentant le courant d'échange. Le modèle développé montre une relation entre le courant de corrosion et la température de la forme suivante :

$$i_1 = i_2 e^{2283 \left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)} \dots \dots \dots (1.45)$$

Lorsque l'on plonge une éprouvette de béton armé dans un bain à différentes températures, on constate que le courant circulant dans le système électrode/électrolyte change. La densité de courant de corrosion passe de 1µA/cm<sup>2</sup> à 5µA/cm<sup>2</sup> lorsque la température s'élève de 5° C à 40°C [VER, 09].

## I.7. CONCLUSION

Le transport des fluides et des particules dans les mortiers et les bétons sont conditionnés par la géométrie de l'espace poreux. L'accroissement du volume de ces pores de transition et leur interconnexion a pour effet d'augmenter les capacités de transfert des polluants à travers les matériaux à base de ciment.

L'étude des phénomènes de transfert à base de modèles mathématiques dans différents régimes soit en mode stationnaire ou transitoire basés sur des phénoménologies observées expérimentalement, nous permet d'une part, de bien comprendre le comportement du béton face aux attaques des ions chlores et d'autre part de prédire sa durabilité.

En ce qui concerne la température, les études recueillies dans la littérature traitent plutôt le comportement des matériaux cimentaires sous l'effet des températures élevées ou bien l'influence de la température de cure de ces matériaux. Il existe très peu de recherches qui étudient l'influence de la température ambiante sur le transport dans un matériau cimentaire.

## CHAPITRE 2. MOYENS DE MESURE

### II. 1. INTRODUCTION

Dans le but de prédire la durabilité du matériau et de la structure vis-à-vis d'un ou de plusieurs processus de dégradation, les indicateurs de durabilité apparaissent comme fondamentaux pour l'évaluation et la prédiction. Ils interviennent par exemple dans les équations régissant les phénomènes de transport dans les matériaux cimentaires, et figurent parmi les données de bases dans les modèles de prédiction de la durée de vie. Cette première condition permet d'assurer leur pertinence théorique. Dans une seconde condition, ces paramètres doivent être facilement quantifiables à partir d'essais de laboratoire pratiqués sur éprouvettes ou sur prélèvements, selon des modes opératoires bien définis et validés. Les méthodes d'essai doivent de plus présenter une reproductibilité, une précision, une simplicité et une rapidité adéquates.

Dans ce chapitre nous tenons à présenter quelques modes et moyens de mesures relatifs à la durabilité du béton au laboratoire et in situ.

### II.2. ESSAIS AU LABORATOIRE

#### II. 2.1. Préparation du corps d'épreuve

##### a. Selon L'AFPC – AFREM

La méthode recommandée pour le choix du corps d'épreuve selon l'AFPC-AFREM préconise le choix du disque cœur (n°2) 50 x 110 mm de l'éprouvette cylindrique 110 x 220 mm (figure II.1), afin d'éviter les effets de bord modifiant la répartition des granulats.

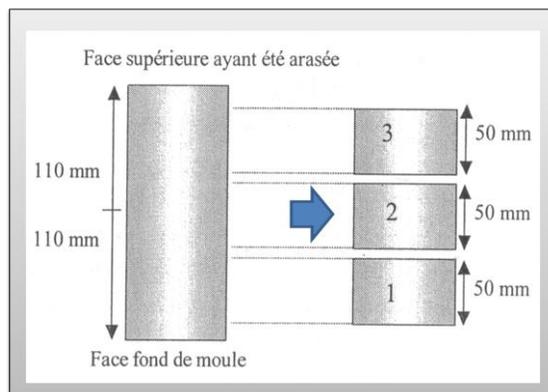


Figure II.1 Extraction des disques d'une éprouvette

## a. Selon NT BUILD 492

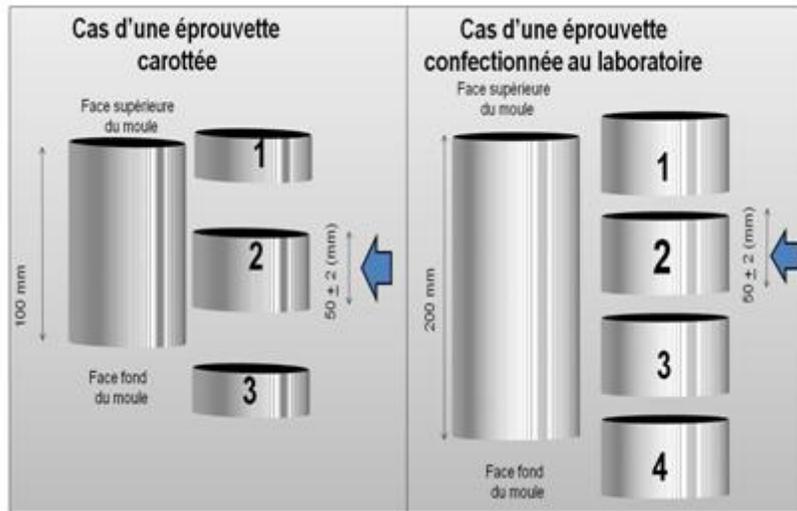


Figure II.2 Extraction des disques des éprouvettes [BUI, 99]

## II.2.2. LA STRUCTURE POREUSE DES BETONS DURCIS

Afin de caractériser la structure poreuse (ou texture) des pâtes de ciments et des bétons durcis, il existe différents paramètres qui peuvent être mesurés à savoir :

- ✓ Porosité (volumique) totale ou volume poreux total,
- ✓ Rayon moyen des pores,
- ✓ Distribution porale,
- ✓ Surface spécifique.

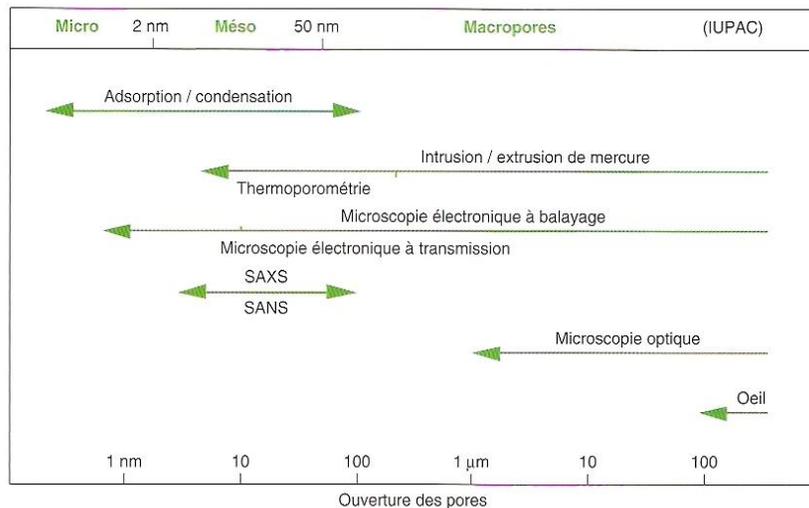
Ces caractéristiques déterminent les propriétés mécaniques et celle liées à la durabilité du béton armé. En effet, des agents agressifs pour le béton ou les armatures sont susceptibles de pénétrer dans le matériau et de migrer à l'intérieur de celui-ci à travers le réseau poreux [LCPC, 02].

Les techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment sont nombreuses. Les principales d'entre elles sont listées dans le tableau II.1.

**Tableau II.1** Principales technique d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment [LCPC, 02].

CATEGORIE	TECHNIQUE
<b>Analyse d'images</b>	✓ Microscopie optique (visible, UV, etc.) ✓ Microscopie électronique à balayage (MEB)
<b>Diffraction</b>	✓ Diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) ✓ Diffusion des neutrons aux petits angles (SANS)
<b>Dynamique des fluides</b>	✓ Perméamétrie (exemple : à air, « méthode de Blaine »)
<b>hydraulique</b>	✓ Porosité accessible à l'eau par pesée hydrostatique, ✓ Intrusion de mercure ✓ Pycnométrie aux gaz (hélium) et aux liquides
<b>Calorimétrie</b>	✓ Thermoporométrie ✓ Microcalorimétrie d'adsorption
<b>Adsorption /condensation</b>	✓ Adsorption de gaz ou de vapeurs (N <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O, H <sub>e</sub> , A <sub>r</sub> , etc.).

La technique à utiliser est conditionnée par la gamme des tailles des pores à étudier comme illustré dans la figure II.3



**Figure II.3** Domaine d'utilisation des principales techniques d'investigation de la structure poreuse des matériaux à base de ciment [LCPC, 02].

Les techniques les plus couramment utilisées pour la caractérisation texturale des pâtes de ciment durcies sont la mesure de la porosité à l'eau par pesée hydrostatique, les mesures par intrusion de mercure et la sorption d'azote (pour la détermination de la surface spécifique). Les deux premières mesures ainsi que la sorption d'eau s'appliquent au béton durci.

### II.2.3. LA POROSITE ACCESSIBLE A L'EAU PAR PESEE HYDROSTATIQUE

La porosité accessible à l'eau est un paramètre de premier ordre dans l'évaluation et la prévision de la durabilité. C'est en effet un indicateur de la qualité du matériau. Elle est calculée grâce à la différence de masse entre un échantillon à l'état sec et ce même échantillon à l'état saturé.

Parmi les méthodes à disposition, la détermination de la porosité accessible à l'eau par pesée hydrostatique est une mesure simple et praticable sur une large variété de matériaux. Ces critères contribuent à justifier la sélection de la porosité accessible à l'eau parmi les indicateurs de durabilité. De plus, cette méthode étant certainement la plus simple parmi toutes celles permettant d'accéder aux différents indicateurs de durabilité, les spécifications proposées sont préférentiellement basées sur la porosité à l'eau.

Les mesures sont réalisables selon le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM (Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau). L'essai comprend les étapes suivantes :

#### ✓ **Saturation à l'eau sous vide,**

La méthode pour la saturation sous vide des éprouvettes consiste à les placer dans une enceinte hermétique (dessiccateur) et de pomper l'air pour créer une dépression dans l'enceinte. Après quelques heures, l'eau est introduite dans l'enceinte par le bas jusqu'à ce qu'elle recouvre toutes les éprouvettes.

#### ✓ **Pesée Hydrostatique**

La méthode consiste à introduire un échantillon de béton dans un bain, et relié à une balance par un fil (photo II.1). La variation de volume se traduit par une variation de la poussée d'Archimède enregistrée par la balance. Par exemple si le matériau se rétracte, la poussée d'Archimède diminue et la balance enregistre une augmentation de masse apparente de l'échantillon (voir photo II.1) .



**Photo II.1** Principe de la pesée hydrostatique

- ✓ Etuvage à  $T = 105 \pm 5 \text{ } ^\circ\text{C}$  jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05 %.
- ✓ la porosité accessible à l'eau  $p$  est déterminée à partir de la formule suivante :

$$P = \frac{(M_{\text{air}} - M_{\text{sec}})}{(M_{\text{air}} - M_{\text{eau}})} \dots\dots\dots (II.1)$$

- ✓ La masse volumique apparente sèche est calculée par la relation suivante :

$$\rho_d = \frac{M_{\text{sec}}}{V_{\text{app}}} = \frac{(M_{\text{sec}} \cdot \rho_{\text{eau}})}{(M_{\text{air}} - M_{\text{eau}})} \dots\dots\dots (II.2)$$

#### II.2.4. POROSIMETRIE DES BETONS DURCIS PAR INTRUSION DE MERCURE

Cette mesure est parmi les indicateurs de substitution. Elle présente l'un des principaux outils d'investigation de la structure méso poreuse et macroporeuse des matériaux. C'est une méthode qui nous permet de quantifier notamment :

- ✓ la porosité volumique totale (en pourcentage),

- ✓ le rayon moyen,
- ✓ la distribution de la taille des pores des matériaux (poudre ou solide),
- ✓ la masse volumique apparente.

Cette mesure est praticable sur des échantillons de quelques cm<sup>3</sup> de béton, mortier ou pâte de ciment durcie ou sur leurs constituants (par exemple les granulats).

✓ **PRINCIPE DE LA MESURE**

Le principe de cette méthode de mesure est de mettre le matériau à étudier sous vide en présence de mercure. L'essai suit les phases suivantes :

- ✓ appliquer une pression de mercure P<sub>Hg</sub> que l'on augmente de façon incrémentale,
- ✓ mesurer le volume cumulé de mercure égale au volume poreux V<sub>p</sub> entrant dans les pores (de plus en plus fins) à chaque incrément et on tire la relation : V<sub>p</sub> = V<sub>p</sub>(P<sub>Hg</sub>)

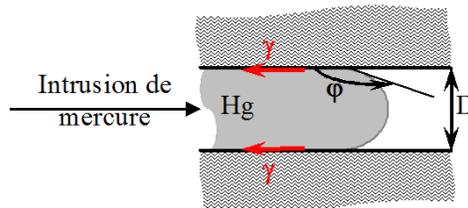
Le rayon moyen (r<sub>p</sub>) de la classe des pores envahis (classiquement supposés cylindriques) est calculé par l'équation de WASHBURN (équation II.3) en fonction de la pression moyenne appliquée P<sub>Hg</sub>, ce qui donne la relation r<sub>p</sub> = r<sub>p</sub> (P<sub>Hg</sub>) suivante :

$$r_p = - \frac{2\gamma_{Hg} \cdot \cos\varphi}{P_{Hg}} \dots\dots\dots (II.3)$$

Avec :

φ : Angle de contact entre la surface solide et le mercure,

γ<sub>Hg</sub> : Tension superficielle du mercure.



**Figure II.4** Schéma explicatif de l'intrusion de mercure dans un pore [HAM, 09]

✓ **Méthodologie [LCPC, 02]**

La mesure par intrusion de mercure s'effectue en trois phases :

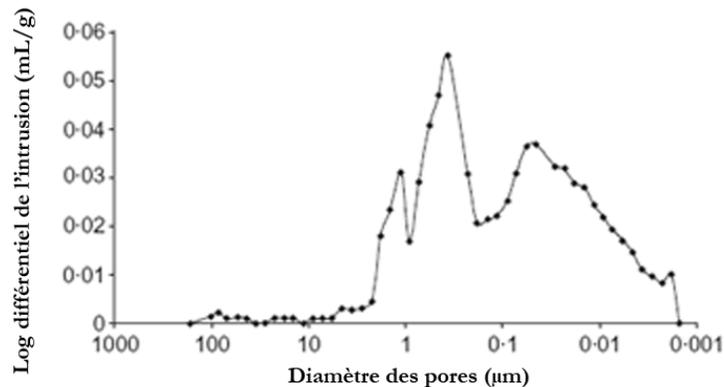
1. Le prétraitement.

2. La montée en pression de 0 à 0,1 MPa sur le poste basses pressions. Cette phase permet l'investigation des pores dont le rayon d'entrée est compris entre 60 et 1,8  $\mu\text{m}$ .

L'échantillon ensuite est placé dans une cellule (surmontée d'un tube capillaire) dans laquelle on fait le vide. Puis le remplissage du mercure est effectué jusqu'à un niveau programmé lors des essais à blanc. Le retour à la pression atmosphérique s'effectue très progressivement à l'aide d'une pompe péristaltique. Chaque différence de niveau dans le tube est enregistrée en même temps que la pression correspondante.

3. la montée en pression jusqu'à 200 MPa ou 400 MPa sur les postes hautes pressions. Cette phase permet l'investigation des pores dont le rayon d'entrée est compris entre 7.5  $\mu\text{m}$  et 3.7 nm (200 MPa) ou 7.5  $\mu\text{m}$  et 1.8 nm (400MPa).

La cellule est introduite dans un autoclave rempli d'huile diélectrique. Au cours de la montée en pression, la différence de niveau du mercure (relevée par mesures capacitatives) en fonction de la pression exercée permet de déterminer la répartition des tailles des pores.



**Figure II.5** Distribution de la taille des pores obtenue par porosimétrie au mercure PIM sur un mortier [HAM, 09]

La Figure II.5 montre une courbe de mesure de la distribution de la taille des pores par porosimétrie au mercure. Cette méthode permet l'investigation de la structure mésoporeuse (ouverture des pores comprise entre 2 nm et 50 nm) et macroporeuse (ouverture supérieures à 50 nm) du béton durci et également de ses constituants [HAM, 09].



**Figure II.6** porosimètre à mercure poste basse et haute pression [www.lcpc.fr]

La porosimétrie au mercure permet une quantification indirecte de la distribution des pores. Le mercure pénètre depuis la surface externe d'un échantillon dont la porosité est vide de tout fluide sous l'effet d'une augmentation continue de sa pression. Ceci permet de relier la pression d'injection à une taille d'accès aux pores d'après la théorie capillaire appliquée au couple de fluides mercure-vide. Pour chaque palier de pression, le volume de mercure injecté quantifie le volume de pores associés au rayon d'accès correspondant à la pression capillaire courante. Le volume total injecté est une estimation, par défaut, du volume des vides du matériau [YANG, 08].

### II.2.5. Porosimétrie par isothermes de désorption

L'essai d'isotherme de désorption consiste à placer un échantillon de matériau cimentaire préalablement saturé dans une ambiance à humidité relative fixée et à température constante. L'évolution de la masse est suivie jusqu'à stabilisation, suite à quoi l'humidité relative de l'ambiance est diminuée. Puis l'opération est répétée en diminuant à chaque fois l'humidité relative jusqu'à séchage complet de l'échantillon à une humidité relative de 0%. Baroghel-Bouny propose de considérer que l'échantillon est sec après stabilisation de sa masse dans une ambiance à 3% d'humidité relative [BAR, 07].

Une fois que les différents paliers correspondant aux humidités relatives imposées sont enregistrés, on peut calculer la teneur en eau ainsi que le degré de saturation de l'échantillon correspondant à chaque humidité relative imposée. La masse sèche peut aussi être obtenue par séchage de l'échantillon à l'étuve à une température de 80° C voire de 105° C. Une estimation de la distribution de la taille des pores peut se faire à partir des isothermes de désorption avec la formule de Kelvin et l'équation de Laplace [HAM, 09]. On admet que la pression capillaire  $P_{cap}$

est liée au rayon de courbure moyen  $r_{cap}$  du liquide capillaire condensé, à travers la constante  $\gamma_a$  du matériau, qui représente la tension superficielle de l'eau adsorbée (ou également de l'énergie extérieure). Cette relation est donnée par l'équation de Laplace [HAM, 09] :

$$P_{cap} = \frac{2\gamma_a}{r_{cap}} \dots\dots\dots(II.4)$$

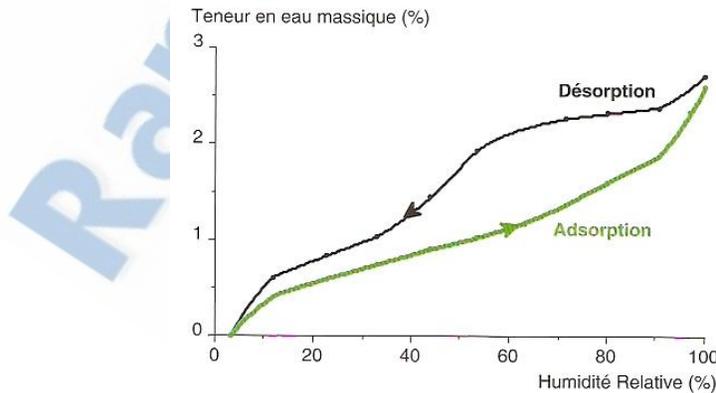
Où la pression capillaire est donnée par la relation (II.5), en fonction des densités massiques, de l'eau adsorbée  $\rho_a$ , de la vapeur  $\rho_v$  et de la vapeur saturante  $\rho_{vs}$  et de la température  $\theta$ .

$$P_{cap} = \frac{\rho_a R \theta}{M_v} \ln \left( \frac{\rho \theta}{\rho_{vs}} \right) \dots\dots\dots(II.5)$$

Où  $M_v$  et  $R$  sont respectivement la masse molaire de la vapeur et la constante des gaz parfaits. Le rayon moyen du pore exprimé en tenant compte des différents angles d'humidification  $\alpha$  entre le liquide et le matériau ainsi que de la tension superficielle  $\gamma_a$ , est donné en fonction de l'humidité relative « HR » par l'expression (II.6) :

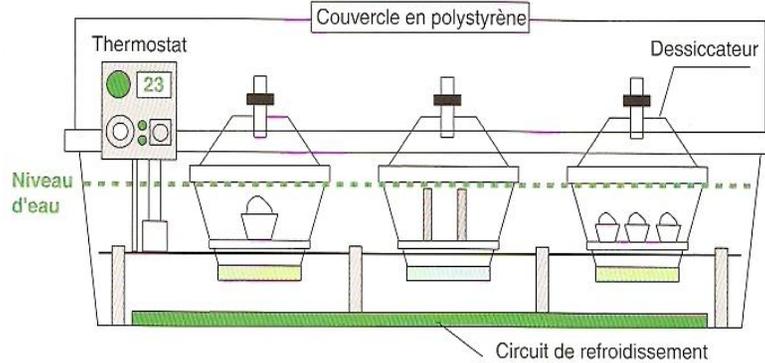
$$r_{pore} = - \frac{2M_v \gamma_a \cos(\alpha)}{\rho_a R \theta \ln(HR)} \dots\dots\dots(II.6)$$

Il est à noter que lorsque l'humidité relative est faible, l'eau n'agit pas nécessairement comme un liquide capillaire condensé. Par conséquent, l'utilisation de l'expression (II.6) devrait être limitée aux humidités relatives moyennes et élevées.

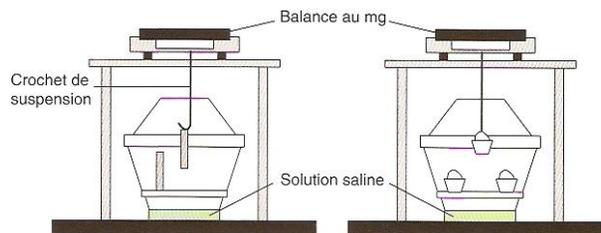


**Figure II.7** Isotherme de désorption et d'adsorption de la vapeur d'eau d'un béton à hautes performances (à  $T= 23 \pm 0,1^{\circ} C$ ) [LCPC, 02]

Sur la figure II.7, on a deux courbes distinctes selon que l'on procède par humidités relatives décroissantes (isotherme de désorption) ou par humidités relatives croissantes (isotherme d'adsorption). Les cycles de désorption-adsorption font apparaître un phénomène d'hystérésis.



a. Vue générale d'un bain thermostaté.



b. Dispositif de pesée par suspension, dans le cas de tranches de béton durci (à gauche) ou de broyats de pâte de ciment durcie (à droite).

**Figure II.8** Schéma du dispositif expérimental de sorption de la vapeur d'eau sur «échantillon de pate de ciment et de béton durcis

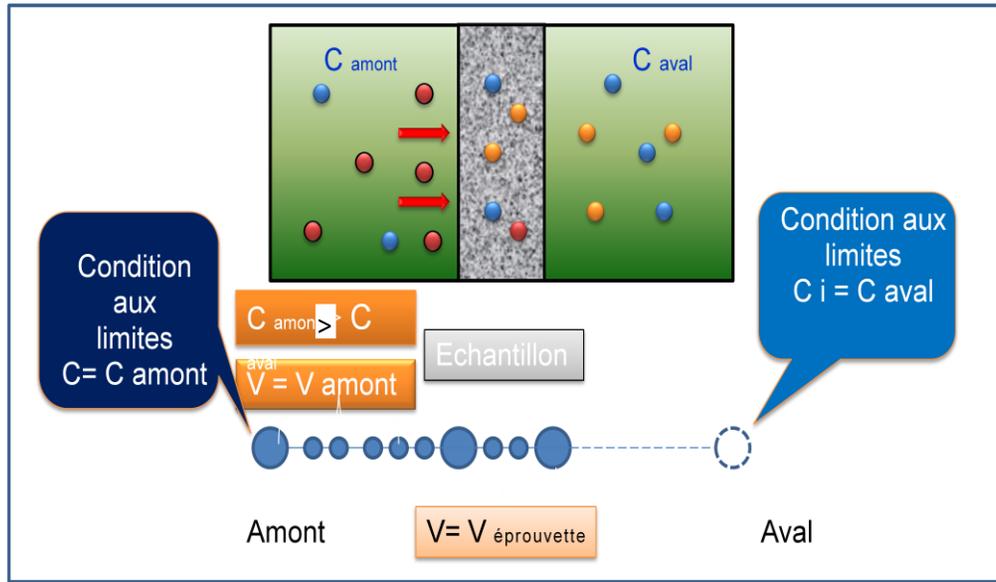
## II.3. METHODE DE DETERMINATION, EN CONDITION, SATUREE DES DIFFERENTS COEFFICIENTS DE DIFFUSION DES CHLORURES DANS LE BETON

### II.3.1. ESSAI DE DIFFUSION EN REGIME STATIONNAIRE $D_{ediff}$

Ce type d'essai consiste à mettre un échantillon de béton saturé entre deux compartiments remplis pour l'un, d'une solution chlorée (compartiment amont, figure II.9), pour l'autre, d'une solution dépourvue de chlorures (compartiment aval). Sous l'effet du gradient de concentration de part et d'autre de l'éprouvette, les chlorures diffusent au travers de celle-ci de l'amont vers l'aval. Les solutions employées sont généralement basiques afin d'éviter que le matériau n'ait pas à subir des évolutions microstructurales notables pendant la durée de l'essai. Ces solutions sont

généralement composées soit de chaux ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), soit d'un mélange de soude ( $\text{NaOH}$ ) et de potasse ( $\text{KOH}$ ). La solution chlorée est obtenue par ajout de  $\text{NaCl}$  ou de  $\text{KCl}$  [NUG, 02].

Cet essai est plus communément appelé essai de diffusion. Le gradient de concentration est maintenu constant en renouvelant régulièrement les solutions dans les compartiments.



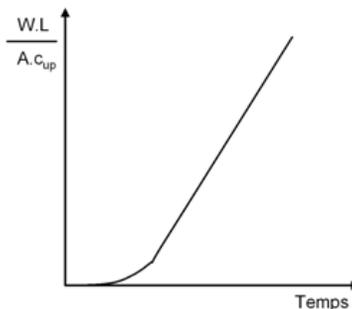
**Figure II.9** Principe des essais de diffusion des ions [QNGU, 07]

Par dosages chimiques réguliers du compartiment aval, le flux de chlorures au travers de l'échantillon est mesuré. La figure II.10, présente la courbe d'évolution avec le temps de la quantité cumulée de chlorures  $W$  (mol) ayant pénétré dans le compartiment aval :

$A$  : surface exposée de l'échantillon ( $\text{m}^2$ ),

$L$  : épaisseur de l'échantillon (m),

$c_{up}$  : concentration en chlorure à l'amont ( $\text{mol}/\text{m}^3$ ).



**Figure II.10** Evolution du flux de chlorures en aval

Le régime permanent apparaît au bout d'un certain temps de l'essai et se traduit par la partie linéaire de la courbe. Le flux constant ( $\Delta W/A.\Delta t$ ) permet de calculer le coefficient de diffusion effectif en utilisant la première loi de Fick :

$$J_e = D_{ediff} \frac{C_{up}}{L} \dots\dots\dots (II.7)$$

Avec :

$J_e$  : flux effectif en régime stationnaire ( $\text{mol}/\text{m}^2.\text{s}$ ),

$D_{ediff}$  : coefficient de diffusion effectif ( $\text{m}^2/\text{s}$ ).

Le coefficient de diffusion est par conséquent la pente de la partie linéaire de la courbe figure II.10. Il s'agit d'une simplification puisque l'expression du flux par la première loi de Fick est incomplète. Il faudrait connaître le champ électrique local créé par les espèces ioniques en présence pour l'exprimer avec l'équation de Nernst-Planck. Les valeurs obtenues dépendent donc de la concentration  $C_{up}$  et du cation associé à  $\text{Cl}^-$ .

La durée de cet essai est fonction de l'épaisseur de l'échantillon et des caractéristiques du béton comme le type de ciment (la capacité de fixation augmente la durée du régime transitoire), le rapport E/C, la taille des granulats, etc.

Cependant, le délai d'obtention du régime permanent est très long, plus d'un an pour un échantillon d'un béton ordinaire de 3 cm d'épaisseur [DEB, 08].

## II.3.2. ESSAIS DE DIFFUSION EN REGIME TRANSITOIRE $D_{app}$

### II.3.2.1 ESSAI D'IMMERSION

#### ✓ **Objet de la mesure et domaine d'application**

L'essai présenté ici a pour objet de déterminer en laboratoire le coefficient de diffusion (apparent) des ions chlorures en conditions saturées à partir des profils de concentration en chlorures. Ces dernières sont déterminées par les méthodes d'extraction et de dosage des chlorures totaux et libres (solubles dans l'eau) recommandées par l'AFPC-AFREM [AFGC, 97]

Cette méthode s'applique aux bétons ou mortiers se trouvant dans un environnement susceptible de contenir des chlorures.

### ✓ Principe de l'essai

L'essai de diffusion consiste à soumettre une éprouvette de béton à une solution saline contenant des chlorures. L'éprouvette est placée dans une enceinte fermée de telle sorte qu'une seule face soit en contact avec la solution saline. Les autres faces sont recouvertes de résine ou de papier aluminium adhésif. La température est maintenue constante (ici  $T = 20 \pm 2^\circ \text{C}$ ).

A une échéance donnée, l'éprouvette est sortie de l'enceinte et des prélèvements (parallèlement à la surface exposée) sont effectués à diverses profondeurs, afin de récolter des échantillons sous forme de poudre. Les échantillons peuvent être obtenus par grignotage ou sciage-broyage. A partir de ces échantillons, les chlorures totaux et libres sont extraits puis dosés afin de déterminer les concentrations. Les profils de concentration peuvent ainsi être représentés graphiquement en fonction de la profondeur.

### ✓ Méthodologie

A l'issue de l'essai de diffusion, les mesures et les calculs s'effectuent en trois phases :

- Prélèvement.
- Filtrage et dosage : détermination des profils de concentration en chlorures.
- Calcul du coefficient de diffusion apparent.

### ✓ Prélèvements

Deux types de prélèvement peuvent être utilisés : par sciage ou grignotage. Le sciage doit être effectué préférentiellement à sec. En effet, un sciage sous liquide (eau ou alcool) peut modifier la distribution des chlorures dans le matériau. Ce mode de prélèvement a toutefois deux inconvénients : l'échauffement de l'éprouvette et l'épaisseur importante des prélèvements (tranches de 4 à 6 mm). Après sciage, les tranches de béton sont broyées afin d'obtenir la poudre destinée au dosage des chlorures.

Le grignotage (photo II.2) qui correspond à un frottement d'une mèche en diamant sur l'éprouvette de béton, permet d'obtenir une poudre très fine qui est récoltée à partir d'une spatule ou d'un aspirateur. Ce mode de prélèvement ne nécessite aucun liquide et n'échauffe pas l'éprouvette. Le principal avantage de cette méthode est l'obtention de prélèvements d'épaisseur très fine (épaisseur minimum = 0.5 mm) offrant des profils de concentration en chlorures plus précis qu'avec les échantillons prélevés par sciage. Ce prélèvement doit être réalisé dans une pièce où la température est constante ( $20 \pm 2^\circ \text{C}$ ).

Après chaque prélèvement, la poudre doit être placée dans un sac ou dans un pot. Pour éviter tout phénomène de carbonatation de la poudre, le sac devra être scellé et fermé hermétiquement après remplissage, et le dosage des chlorures libres devra être effectué le plus rapidement possible.



**Photo II.2** Machine de prélèvement de la poudre

#### ✓ Filtrage et dosage : profils de concentration

Afin d'obtenir les profils de concentration en chlorures libres et totaux, la poudre prélevée doit être dissoute dans une solution, puis filtrée. C'est ce filtrat qui permettra de quantifier les chlorures dans le matériau. Les chlorures libres sont les chlorures solubles dans l'eau, c'est-à-dire ceux présents dans le liquide interstitiel ou adsorbés sur la paroi des pores. Les chlorures totaux regroupent les chlorures libres et les chlorures liés dans la pâte de ciment.

La poudre est mise en contact avec de l'eau distillée ou de l'acide nitrique. Le volume de ces produits et la durée du mélange sont fonction du type de chlorures recherchés (chlorures libres ou chlorures totaux). Les solutions obtenues sont ensuite filtrées et le filtrat est complété jusqu'à 250 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau distillé.

A partir de ces filtrats, obtenus pour différentes profondeurs de prélèvement, les dosages en chlorures libres et en chlorures totaux sont réalisés en utilisant du nitrate d'argent et un titrateur potentiométrique. La concentration en chlorures, libres ou totaux, est alors déterminée par l'équation II.8 :

$$C_{cl} = 100 \times 35.5 \times C_{Ag} \times V_e \times 10^{-3} \times \frac{1}{M_{pe}} \times \frac{V_{fiolle}}{V_{prelevé}} \dots\dots\dots (II.8)$$

Avec :

$C_{cl}$  : concentration en chlorures (g/100g d'échantillon),

$C_{Ag}$  : titre de la solution de nitrate d'argent utilisée.

$V_e$  : volume de nitrate d'argent nécessaire pour que tous les chlorures en solution aient réagi.

$M_{pe}$  : masse de poudre de béton analysé (g).

$V_{fiolle}$  : Volume total du filtrat dosé (ml).

Pour une bonne précision, au moins deux dosages sur un même filtrat sont nécessaires. La concentration en chlorures d'un filtrat sera alors la moyenne des valeurs obtenues à partir des différents dosages effectués.

Enfin, du fait qu'à chaque filtrat correspond une profondeur  $x$  et une concentration en chlorures  $C_{cl}$ , les profils de concentration en chlorures libres et en chlorures totaux peuvent être représentés graphiquement.

✓ **Détermination du coefficient de diffusion apparent**

Pour obtenir le coefficient de diffusion apparent  $D_{adiff}$ , il suffit de déterminer graphiquement l'équation linéaire reliant  $\sqrt{C_{cl} - C_i}$  à la profondeur  $x$ , à partir des concentrations en chlorures libres. Cette équation est de la forme :

$$\sqrt{C_{cl} - C_i} = -A.X + B \dots\dots\dots (II.9)$$

Avec, d'après l'équation (II.9)

$$\sqrt{C_{cl}(x, t) - C_i} = \sqrt{C_s - C_i} - t \sqrt{\frac{C_s - C_i}{12.t.D_{adiff}}} = B - X.A \dots\dots\dots (II.10)$$

$$B \text{ (ordonnée à l'origine)} = \sqrt{C_s - C_i} \dots\dots\dots (II.11)$$

$$A \text{ (pente de la courbe)} = \sqrt{\frac{C_s - C_i}{12tD_{adiff}}} \dots\dots\dots (II.12)$$

### ✓ Exploitation des résultats

Pour un béton donné, à partir du profil de concentration en chlorures libres, la relation reliant  $\sqrt{C_{cl} - C_i}$ , à la profondeur (équation II.9) est déterminée. Ensuite en prenant en compte la durée d'exposition et les équations (II.11) et (II.12), le calcul de la concentration à la surface  $C_s$ , et celui du coefficient de diffusion apparent  $D_{adiff}$  ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ) sont effectués selon les équations II.10 et II.11 :

$$C_s = B^2 \mp C_i \dots\dots\dots (II.13)$$

$$D_{adiff} = \frac{B^2}{12 \cdot t \cdot A^2} \dots\dots\dots (II.14)$$

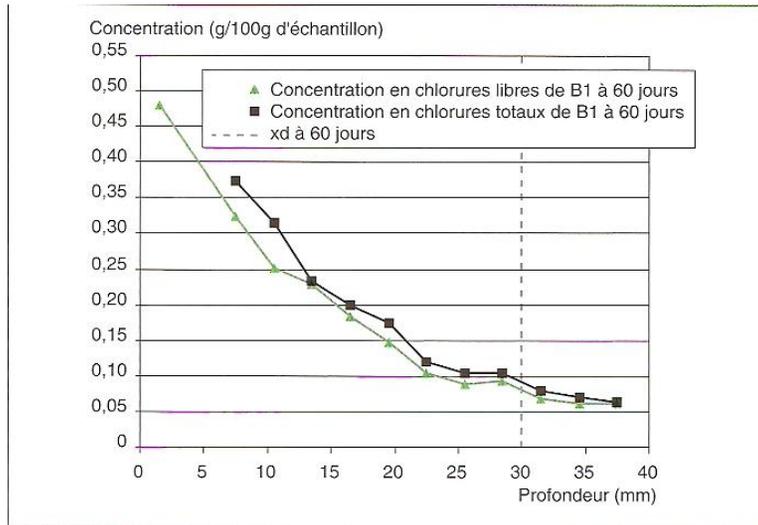
Dans le but de faciliter les calculs de  $D_{adiff}$ , il est souhaitable de présenter l'abscisse  $x$  en mètre et d'exprimer le temps de contact avec les chlorures en seconde [LCPC, 02].

### ✓ Exemple de l'utilisation de l'essai

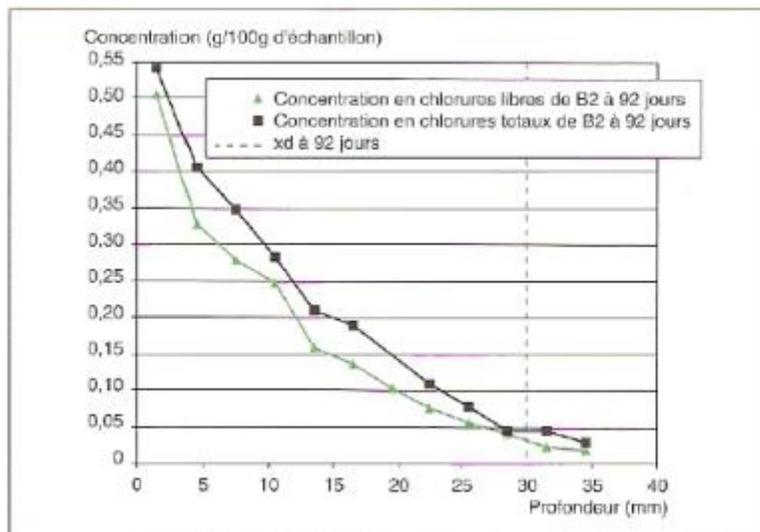
L'exemple choisi ici présente les résultats de l'analyse des chlorures et du calcul du coefficient de diffusion apparent pour deux éprouvettes de béton ( $B_1$  avec  $E/C = 0.84$  et  $B_2$  avec  $E/C = 0.50$ ) placées en contact avec une solution de NaCl ( $1 \text{ mol} \cdot L^{-1}$ ) pendant 60 et 92 jours respectivement. Le mode de prélèvement choisi est le grignotage. Chaque prélèvement avait une épaisseur de 3mm.

Les profils montrent que la pénétration des chlorures est plus importante pour le béton  $B_1$  que pour le béton  $B_2$ . Ceci est cohérent avec le rapport  $E/C$  des matériaux : plus  $E/C$  est élevé, plus la pénétration des ions chlores sera profonde et les quantités de chlorures seront élevées dans le béton. Au niveau des chlorures liés, c'est-à-dire de la différence entre les chlorures totaux et les chlorures libres, il semble que l'interaction chlorure matrice soit importante pour le béton  $B_2$ .

La profondeur de pénétration des chlorures  $x_d$  mesurée par colorimétrie à 60 jours pour le béton  $B_1$  et à 92 jours pour le béton  $B_2$  est reportée sur les profils des figures II.11 et II.12. Cette profondeur correspond, pour les deux bétons, à la profondeur à laquelle les profils de concentration en chlorures deviennent asymptotiques (i.e. lorsque la concentration en chlorures devient pratiquement constante). Les profils de concentration constituent donc une autre méthode que la colorimétrie pour déterminer la profondeur de pénétration des chlorures  $x_d$ .



**Figure II.11** Profils de concentration en chlorures libres et totaux du béton B<sub>1</sub> après 60 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.l<sup>-1</sup>) [LCPC, 2002]



**Figure II.12** Profils de concentration en chlorure libres et totaux du béton B<sub>2</sub> après 92 jours de contact avec une solution de NaCl (1 mol.l<sup>-1</sup>) [LCPC, 2002].

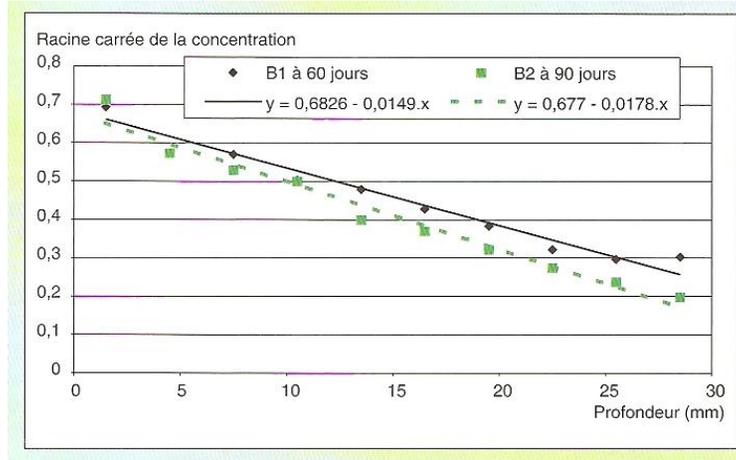
✓ Calcul du coefficient de diffusion apparent

En supposant la concentration initiale nulle pour les deux bétons, l'équation  $\sqrt{C_a}$  en fonction de x (Fig. II.13) a donc pour formule :

$$Y = -0,0149 \cdot x + 0,6826 \quad \text{pour le béton B}_1 \dots\dots\dots \text{II.15)}$$

$$Y = -0,0178 \cdot x + 0,6770 \text{ pour le béton } B_2 \dots\dots\dots (II.16)$$

Les équations (II.15) et (II.16) sont déterminées à partir d'un nombre limité de points ( $x, \sqrt{C_{cl} + C_i}$ )



**Figure II.13** Courbes  $\sqrt{C_{cl}}$  en fonction de la profondeur  $X$  pour les bétons  $B_1$  et  $B_2$  [LCPC, 2002]

Le premier point correspond à la concentration mesurée au plus près de la surface (pour ces deux bétons 1,5 mm) et le dernier point correspond à la profondeur à laquelle le profil devient asymptotique (pour ces deux bétons 28,5 mm).

A partir des équations (II.13) et (II.14) et la durée de contact avec les chlorures pour chaque béton (en secondes), on obtient les résultats consignés dans le tableau II.1.

**Remarque :** les résultats obtenus à partir des équations (II.11) et (II.12) donnent un  $D_{app}$  en  $mm^2/s$  et non en  $m^2/s$ .

Tableau II.1 Concentration en chlorures à la surface  $C_1$  et coefficient de diffusion apparent  $D_{app}$  pour les bétons  $B_1$  et  $B_2$

Béton	T (jours)	T (secondes)	C (g/100g d'échantillon)	Dapp ( $10^{-12} m^2/s$ )
B <sub>1</sub>	60	5155200	0,4659	33,7
B <sub>2</sub>	92	8006400	0,4583	15,2

Le calcul du coefficient de diffusion apparent pour ces deux matériaux permet de confirmer le résultat ayant apparue sur les profils de concentration : la pénétration des chlorures en milieu saturé est limitée par un faible rapport E/C.

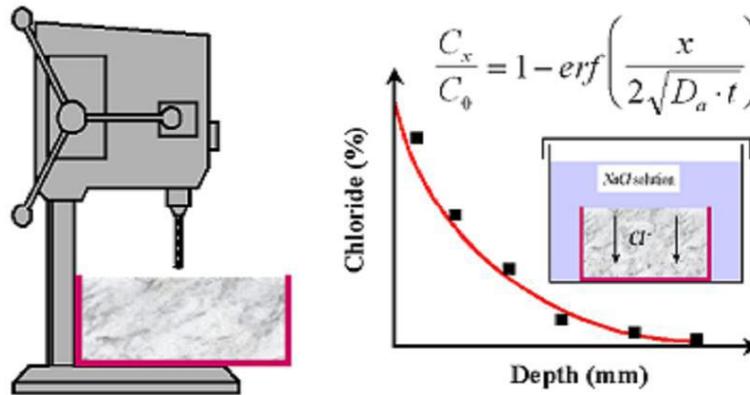
### II.3.2.2. ASTM C1556 (sur la base de NT BUILD 443)

C'est un essai d'immersion destiné à la détermination du coefficient de diffusion des chlorures en régime non stationnaire par mesure du profil de pénétration. Il est défini comme un essai accéléré de pénétration des chlorures, qui consiste à immerger une éprouvette en béton dans une solution concentrée en chlorures (165 g/L en NaCl) pendant au moins 35 jours. La détermination du profil par grignotages parallèlement à la surface d'exposition nous permet de déterminer un coefficient de diffusion en régime transitoire noté  $D_{nssd}$  (non-steady-state diffusion coefficient). La méthode d'élaboration de cet essai est décrite par la norme NordTest BUILD 443 [BUI, 95] Figure II.14.



**Figure II.14** Essai d'immersion d'éprouvettes de béton selon NT Build 443 [VIR, 07]

Pour la détermination de la teneur en chlorure soluble, la norme recommande la méthode NT Build 208 [BUI, 96] ou une autre méthode similaire. Les prélèvements de la poudre pour analyse s'effectueront de la même façon que précédemment.

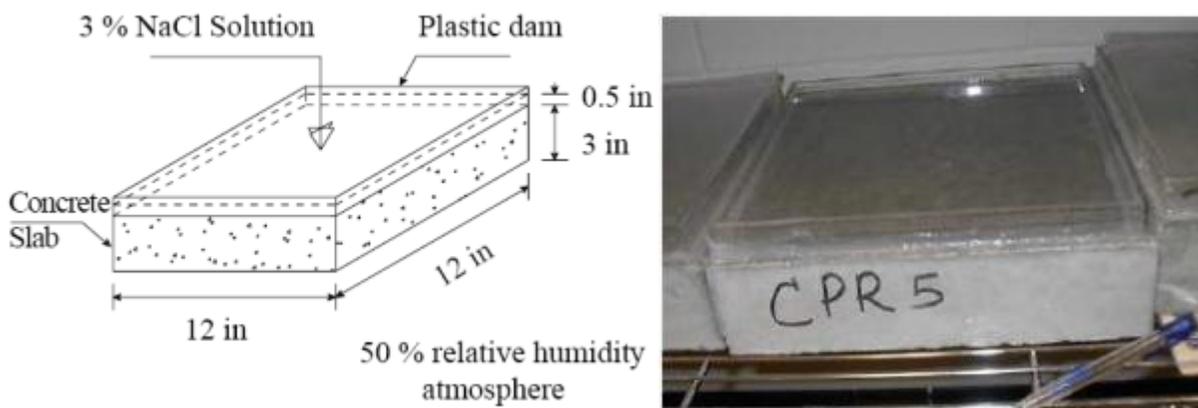


**Figure II.15** Essai selon la procédure NT Build 443 [TAE et HON, 09]

L'essai peut être considéré comme satisfaisant du point de vue de la répétabilité et de la représentativité, mais la lourdeur du mode opératoire est son inconvénient majeur. De plus, la durée de l'essai ne permet pas de suivre l'évolution des propriétés du matériau en fonction du temps [Roz, 07].

### II.3.2.3. ASTM C1543 ( basé sur AASHTO T 259)

Le test T259 AASHTO est un essai pour mesurer à long terme la pénétration de chlorure dans le béton. L'essai nécessite trois dalles de forme carrée d'au moins 75 mm d'épaisseur et ayant une surface de 0.03 m<sup>2</sup> de côté (12 inch). Après une cure de 14 jours, ces dalles sont stockées dans une salle à 50% d'humidité relative pendant 28 jours. Après la période de conditionnement, un réservoir surmonte la surface supérieure de la dalle où est placée une solution de NaCl 3 % durant 90 jours, tandis que la face inférieure est laissée exposée à l'air libre pour le séchage (voir Figure II.16).



**Figure II.16** Schémas de principe de l'essai AASHTO T 259 [VIRA, 07]

La norme ASTM C1543 recommande que les cotés latéraux du corps d'épreuve (dalle) soient étanchéifiés pour empêcher toute évaporation et imposer un contrôle unidirectionnel de la pénétration des chlorures. En revanche, la norme AASHTO T259 ne prévoit pas d'étanchéité sur les côtés.

À la fin de l'essai (après 90 j), des prélèvements seront effectués tout les 13 mm (0.5 pouce) à des profondeurs progressives par grignotage. Les résultats des titrages sur les poudres prélevées permettront de tracer le profil des chlorures. La détermination des concentrations en chlorure à chaque profondeur s'effectuera selon la norme NT BUILD 208 ou méthode équivalente.

Il convient de noter, cependant, que le type de cation (s) dans la solution du réservoir placé sur la face supérieure de la dalle affecte le taux de pénétration des ions chlorures. Par exemple, la pénétration des chlorures serait plus rapide avec une solution de KCl qu'avec une solution de NaCl [VIRA, 07].

Cette méthode d'essai détermine la pénétration des chlorures dans le béton sous un étang de solution de chlorure de sodium. Cette méthode est applicable à tous les types de béton, ainsi que les bétons traités avec des systèmes tels que les mastics, enduits pénétrants, ou colle mince.

### II.3. 3. ESSAI DE MIGRATION EN REGIME STATIONNAIRE $D_{ediff}$ (Mesure des flux de matière)

#### II.3.3.1 ESSAI DE MIGRATION (AFREM)

##### ✓ **Objet de la mesure**

L'objet de cette méthode est de déterminer à partir d'un essai de migration sous champ électrique, le coefficient de diffusion effectif des chlorures dans le béton durci en régime stationnaire et en conditions saturées.

##### ✓ **Principe de l'essai**

Un échantillon cylindrique de béton d'épaisseur constante est placé au centre d'une cellule constituée de deux compartiments (Photo II.3) qui contiennent, du côté aval, une solution exempte de chlorures (eau distillée ou solution basique), et du côté amont, la même solution additionnée de chlorures.



**Photo II.3** Cellules de migration des ions chlorures [ROZ, 07]

L'essai consiste à mesurer le flux de chlorures traversant l'échantillon lorsque ce flux est devenu constant, ainsi que la différence de potentiel  $\Delta E$  entre les faces de l'échantillon. Le flux de chlorures dans le matériau est déterminé à partir des mesures de la concentration en chlorures dans les solutions.

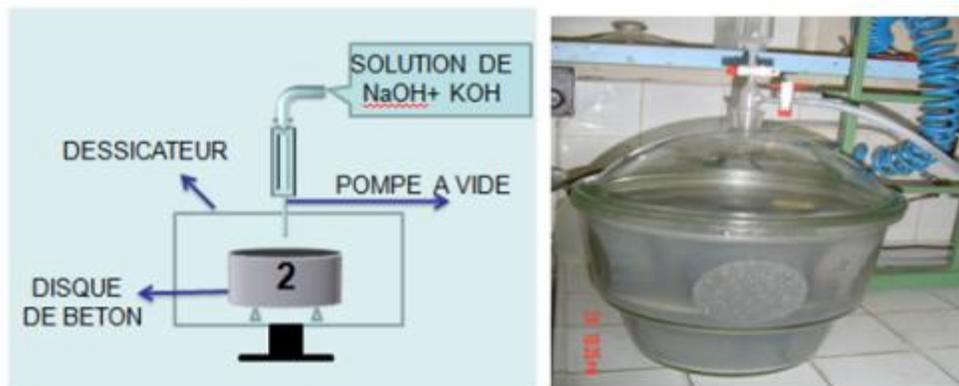
### ✓ Préparation des échantillons

Les échantillons sont saturés selon la procédure AFPC-AFREM (AFGC, 1997). Le principe consiste à placer un échantillon dans un dessiccateur étanche. Une fois le dessiccateur fermé, le vide est réalisé à l'aide d'une pompe jusqu'à ce que l'on atteigne une pression constante de 25 mbars, le vide est maintenu pendant 4h. Pour s'assurer que le dégazage du disque est terminé, le dessiccateur est déconnecté de la pompe à vide, on vérifie ensuite à l'aide d'un manomètre que la pression ne remonte pas dans l'échantillon. Après vérification, le récipient est reconnecté à la pompe à vide. La solution basique est introduite progressivement de façon à recouvrir le corps d'épreuve d'environ 2 cm de solution après 15 min (Figure II.17). La pression est maintenue constante pendant  $20 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$  à  $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

La solution support est une solution basique contenant 1g/l de soude (NaOH) et 4.65 g/l de potasse (KOH) préparée dans une eau déminéralisée. Cette solution support est choisie pour se rapprocher du pH de la solution interstitielle typique du béton afin de limiter les effets de lixiviation.

### ✓ Dispositif expérimental

Le coefficient de diffusion effectif  $D_{emig}$  est déterminé en régime stationnaire à l'aide d'une cellule de migration. Après avoir préparé le corps d'épreuve (voir II.2.1) et saturer l'échantillon (figure II.17) celui-ci est introduit dans la cellule.



**Figure II.17** Saturation de l'échantillon [NGU, 06]

Chaque cellule est formée de deux compartiments cylindriques en PVC et de plexi-glaces transparent avec une capacité de 1.82 l approximativement. Le diamètre des échantillons est égal à environ 11 cm et la section offerte pour la diffusion est constante de l'ordre de  $78.5 \text{ cm}^2$ . Un joint en silicone marin est placé entre le tube de la cellule et la périphérie de l'éprouvette. Ce

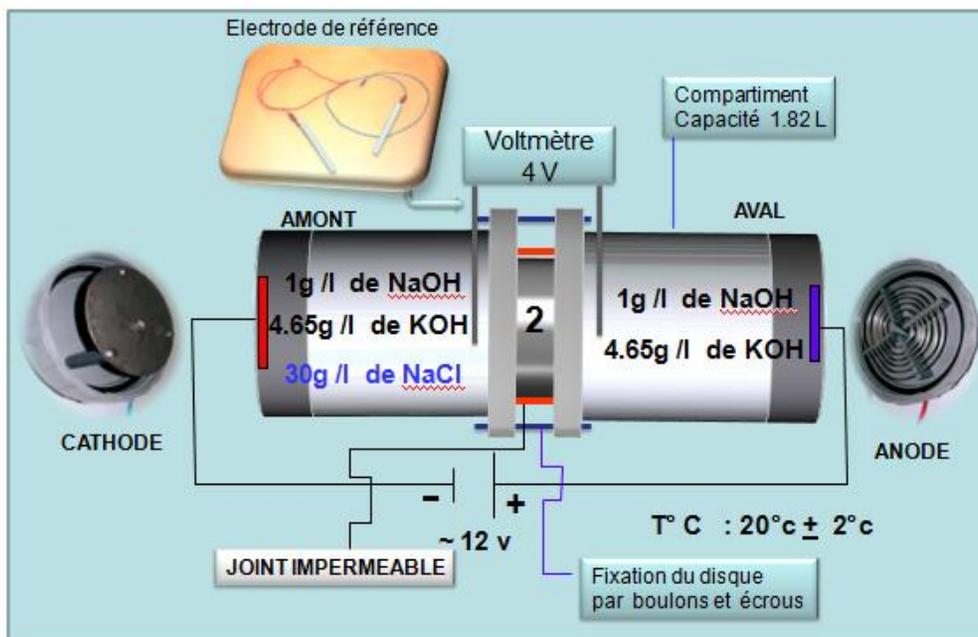
joint imperméable permet d'assurer une parfaite étanchéité de part et d'autre des deux faces latérales du corps d'épreuve. Le temps de séchage du joint est d'environ 4 heures.

Les deux compartiments sont remplis de solution 1g/l de NaOH et 4.65 g/l de KOH, le compartiment amont contient en plus, une solution chargée en NaCl de concentration  $C_{\text{amont}} = 30$  g/l. La concentration en chlorures de la solution amont est choisie de telle manière qu'elle soit proche à celle de l'eau de mer (l'océan Atlantique a une salinité proche de  $35 \text{ g.l}^{-1}$  et la mer Méditerranée  $40 \text{ g.l}^{-1}$ ) [GUI, 04]. L'application du champ électrique est effectuée par l'intermédiaire de deux électrodes : l'une sous forme d'un disque inoxydable (cathode) placée dans le compartiment amont, l'autre sous forme de spirale en cuivre-niobium placée dans le compartiment aval (anode) (figure II.18). Ces électrodes sont reliées à un générateur de tension continue, dont l'électrode du compartiment amont est branchée au pôle négatif de l'alimentation et l'électrode du compartiment aval est reliée au pôle positif.

Deux électrodes de référence sous forme de tige en cuivre-niobium sont placées au plus près de l'échantillon. Ces électrodes sont ensuite reliées à un voltmètre qui nous permet de connaître la différence de potentiel au bord de l'échantillon.

Une tension de 12 V est appliquée entre les deux compartiments par l'intermédiaire d'un générateur de courant, de sorte à créer un champ électrique de 400 V/m, et à « forcer » les ions chlorures  $\text{Cl}^-$  à migrer. Pour maintenir fixe cette tension, des ajustements sont périodiquement effectués pour maintenir la tension constante au cours des essais car une variation de 1 V peut être observée.

Ce choix résulte d'un compromis entre la volonté de minimiser les phénomènes de diffusion par rapport aux phénomènes de migration, la limitation de l'échauffement des solutions par effet Joule et la durée des essais [ARS, 1999].



**Figure II.18** Schéma de principe d'une cellule de migration

✓ **Autres appareillages de mesure :**

Le matériel d'essai comprend en outre les matériels classiques de laboratoire : ampèremètre, voltmètre, balances, distillateur, titrateur, ainsi que les réactifs chimiques nécessaires à la préparation des solutions ainsi que des bouteilles teintées pour conserver les solutions.

✓ **Protocole de mesure**

Les essais sont réalisés dans une salle à une température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  et 50 % d'humidité relative. L'essai commence lorsque le champ électrique est appliqué. Les ions chlorures vont se déplacer au sein du béton saturé à la fois par diffusion sous l'effet d'un gradient de concentration et par migration sous l'effet du champ électrique. Afin de maintenir des conditions aux limites constantes, les compartiments amont et aval sont régulièrement vidangés, rincés et remplis de solution initiale. Une variation de la concentration amont à 5 % est respectée.

Pour la solution aval, une variation de l'ordre de 1 % de la valeur nominale de la concentration est tolérée. La fréquence de renouvellement du compartiment aval est d'une fois par jour. Le coefficient de diffusion effectif est déterminé à partir de la mesure de la concentration en chlorures dans le compartiment aval par dosage de solutions prélevées à intervalle de temps régulier.

La durée de l'essai dépend du type de béton testé et une fois que le régime permanent est établi. Le temps maximum est de 15 jours pour les Bétons ordinaires (BO).

### ✓ Titration de la solution

Le dosage des chlorures se base sur la réaction de précipitation du chlorure d'argent. La mesure est faite par titration potentiométrique à courant nul avec l'aide d'une électrode d'argent ; les solutions dosées sont toujours gardées à température ambiante ( $21 \pm 2^\circ\text{C}$ ) [NGU, 06].

Les instruments du Titrimètre disponibles sont (voir fig. II.9) :

- Electrode : DM 141-SC, 0 -  $70^\circ\text{C}$ , 1 mol/l  $\text{KNO}_3$
- Dosimat : 685 (Metrohm)
- Controller : 730 SC (Metrohm)
- Titrino keyboard : 736 GP



**Figure II.19** *Titrimètre pour le dosage des chlorures [MAH, 06]*

Cette expérience, nous permet de déterminer  $J$ , le flux d'ions chlorures passant à travers les échantillons de béton. Connaissant  $J$ , il est ensuite possible de calculer  $D_{\text{emig}}$ , le coefficient de diffusion des ions  $\text{Cl}^-$ .

✓ **Calcul du coefficient de diffusion**

La diffusion des ions chlores dans le béton est sous régime stationnaire lorsque la vitesse de déplacement des ions devient constante (Figure II.19). Le coefficient de diffusion obtenu en régime permanent est calculé à partir de l'équation II.15 :

$$D_{emig} = \frac{RLT}{zFEc_0} J \dots\dots\dots (II.15)$$

Avec :

- J : flux des ions chlorures (mol/m<sup>2</sup>.s),
- z : valence de l'ion chlore égale à 1,
- E : champs électrique mesuré (12 ± 1) V,
- L : épaisseur de l'échantillon 0,48 ± 0,02 m,
- C<sub>0</sub>: concentration du compartiment amont (0,513 mol/m<sup>3</sup>),
- D<sub>mig</sub> : coefficient de diffusion de l'espèce ionique
- F : constante de Faraday (96480 J/V.mol),
- R : constante des gaz parfaits (8,314 J/(mol.K)),
- T : température thermodynamique (293,15 ± 2 K).

Le flux des ions chlores est calculé à partir de l'équation II.16 :

$$J = \frac{(\Delta c)V}{St} \dots\dots\dots (II.16)$$

Avec :

- Δc : différence de concentration dans le compartiment aval (mol/m<sup>3</sup>) pendant un temps t (s).
- V : volume du compartiment aval (1.82 10<sup>-3</sup> m<sup>3</sup>)
- S : section de l'échantillon (78.5 10<sup>-4</sup> m<sup>2</sup>)

La figure I.9 (page 29) présente l'évolution de la concentration cumulée de la solution du compartiment aval en fonction du temps. Cette courbe présente généralement deux parties :

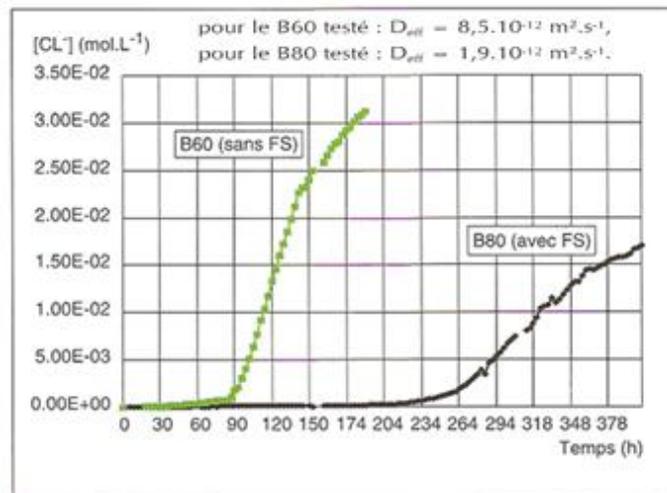
- Le régime non stationnaire comporte deux zones : une phase d'initiation où l'évolution de la concentration est très lente, et une phase de transition où l'évolution de la concentration en fonction du temps est plus rapide mais croit de façon non linéaire,

- Le régime stationnaire ou l'évolution de la concentration est linéaire. C'est cette partie de la courbe qui est utilisée pour le calcul du coefficient de diffusion.

L'intersection de la droite obtenue en régime stationnaire avec l'axe des abscisses permet de déterminer le temps de retard  $T_{mig}$ . Ce dernier dépend de l'isotherme d'interaction et de la porosité du béton.

#### ✓ Exemple d'utilisation de l'essai

Dans l'exemple présenté ici, il s'agit de comparer deux bétons de hautes performances : un B60 sans fumée de silice et un B80 avec fumée de silice (22 Kg/m<sup>3</sup>). Les résistances à la compression de ces bétons à 28 jours sont 75.0 MPa et 85.5 MPa respectivement.



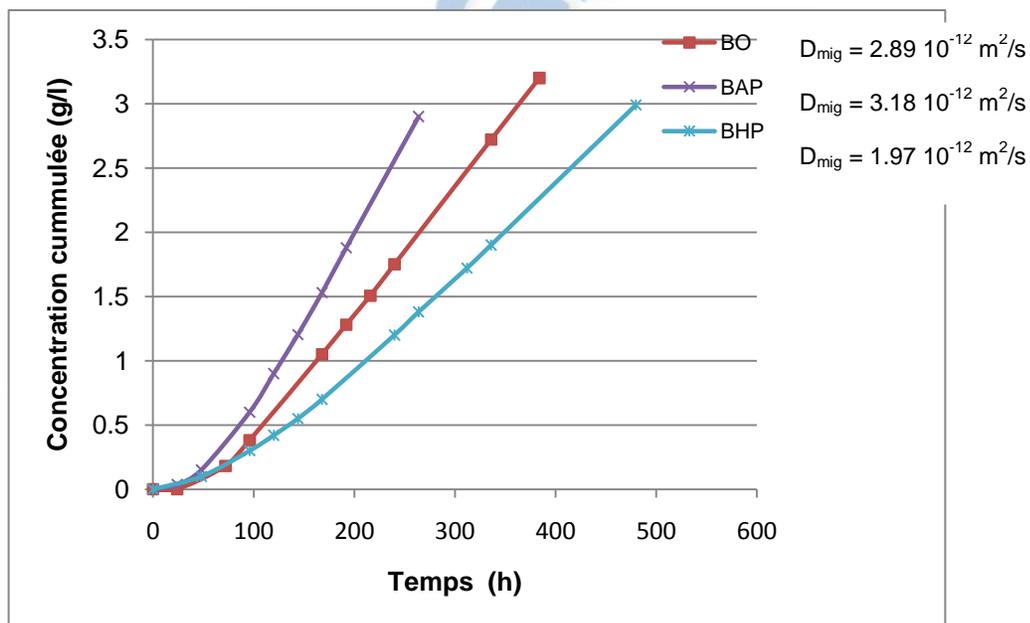
**Figure II.20** Evolution de la concentration en chlorure dans le compartiment aval de la cellule.  
Comparaison entre deux bétons de hautes performances  
avec ou sans fumée de silice [LCPC, 2002].

La figure II.20 présente l'évolution des concentrations en chlorures dans le compartiment aval de la cellule pour les deux bétons. On remarquera que la durée de l'essai effectué sur l'échantillon de béton sans fumée de silice est beaucoup plus courte, le régime stationnaire étant atteint après environ 100 heures d'essai contre plus de 250 heures dans le cas du béton avec fumée de silice. La pente de la droite en régime stationnaire, qui intervient directement dans le calcul du coefficient de diffusion, est nettement différente entre les deux échantillons. Les deux bétons ont donc un comportement très différent. Cette différence est confirmée par les valeurs obtenues le coefficient de diffusion en utilisant la relation (II.11) :

- Pour le B60 testé :  $D_{\text{eff}} = 8.5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$
- Pour le B80 testé :  $D_{\text{eff}} = 1.9 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$

On remarque que pour un ajout d'une quantité de  $22 \text{ kg/m}^3$  de fumée de silice dans la composition du béton B80, la valeur du coefficient de diffusion effectif diminue de 4 fois par rapport au béton B60 sans fumée de silice. Pour la comparaison des deux bétons, les essais réalisés permettent donc de mettre en évidence la performance nettement supérieure de la formulation avec fumée de silices en terme de durabilité vis-à-vis de l'exposition à un milieu contenant des chlorures.

Dans le cadre des études comparatives de la durabilité des bétons, des essais de diffusion ont portés sur trois types de bétons confectionnés à base de matériaux locaux à savoir : béton ordinaire BO, auto-plaçant (BAP) et un béton de haute performance (BHP) [TOU, 09]. La figure II.21 présente l'évolution de la concentration cumulée des chlorures en fonction du temps pour les trois types de béton.



**Figure II.21** Evolution de la concentration des ions chlorures en fonction du temps dans le compartiment aval en fonction de la nature du béton sur la diffusion [TOU, 09].

Les résultats de la figure II.21 nous permettent de constater que le BO et le BAP sont moins résistants à la pénétration des ions chlorures que le BHP. Ainsi les variations du coefficient de

migration des BO et BAP sont respectivement de l'ordre de 45% et 60% plus grands par rapport aux essais réalisés sur le BHP.

### II.3.3.2. Norme NT BUILD 355

La méthode est utilisée pour déterminer en régime permanent le coefficient de diffusion des chlorures pour les bétons, mortiers et matériaux à base de ciment.

Sous l'effet d'un champ électrique, les chlorures migrent à travers l'échantillon (voir figure II.22) de béton mis dans une cellule de diffusion (figure II.23). Le coefficient de migration noté  $D_{ssd}$  (steady state diffusion) en régime stationnaire peut être calculé en mesurant la vitesse de migration.

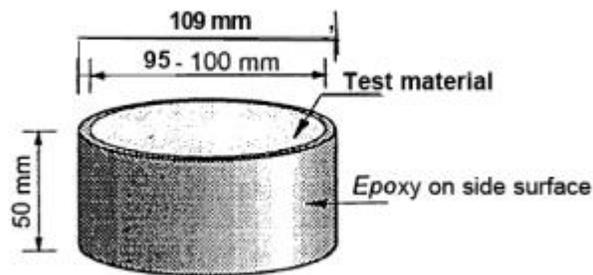


Figure II. 22. Corps d'épreuve [BUI, 97]

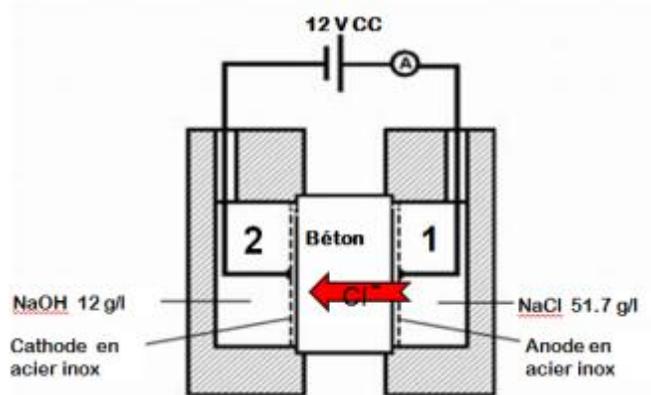
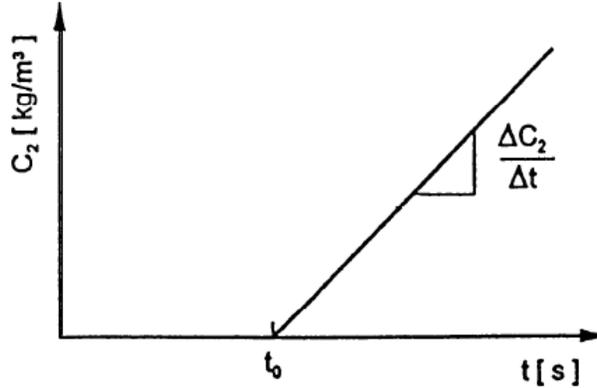


Figure II.23 Schéma de principe d'une cellule de migration selon NT BUILD 355 [BUI, 97]

La température doit alors être mesurée avec un thermocouple à côté de la surface de l'échantillon et ne doit dépasser en aucun cas 40° C. Les modes et les protocoles de mesure sont similaires à ceux présentés précédemment.

Le flux de chlorures, J (état stable), ayant traversé l'échantillon est déterminé par la pente de la droite qui représente l'augmentation de la concentration des chlorures dans le compartiment 2 (solution de NaOH) voir figure II.23.



**Figure II.24.** Schéma de la variation de la concentration en chlorures en fonction du temps dans le compartiment 2 [BUI, 97]

$$J = \frac{\Delta C_2 V_2}{\Delta t A} \dots\dots\dots(II.17)$$

Le coefficient de diffusion est exprimé selon l'équation (II.18)

$$D = \frac{JRTl}{Z_{CL}F\Delta EC_1} \dots\dots\dots(II.18.)$$

Où pour les équations (II.17) et (II.18)

D = coefficient de diffusion [m<sup>2</sup>/s]

D<sub>E</sub> = chute de tension sur spécimen (moyenne des valeurs avant et après la période d'essai) [V]

l = épaisseur de béton disque [m]

A = surface du disque en béton [m<sup>2</sup>]

C<sub>1</sub> = concentration de chlorure dans le compartiment 1 [kg/m<sup>3</sup>] ou [mole / l]

V<sub>2</sub> = volume du compartiment 2 [m<sup>3</sup>]

z<sub>Cl</sub> = valeur absolue de la charge électrique des espèces de chlorure de (ZCL = 1) [équivalent / mole]

F = nombre de Faraday = 96500 [C / équivalent]

R = constante des gaz = 8,314 [J / mole.K]

T = température absolue [K]

### II.3.4. ESSAI DE MIGRATION EN REGIME NON STATIONNAIRE (TRANSITOIRE)

#### II.3.4.1 LA NORME AASHTO T 277 (2005) : Indication de la capacité électrique du béton pour résister à la pénétration des chlorures (Rapid Chloride Test of Permeability) [ASTM 1202,07]

Cette méthode d'essai a été initialement développée par la Portland Cement Association, en vertu d'un programme de recherche financé par la Federal Highway Administration (FHWA). La méthode d'essai originale peut être trouvée dans FHWA/RD-81/119, "Détermination rapide de la perméabilité aux ions chlorures du béton."

Depuis, la méthode a été développée. Elle a été modifiée et adaptée par les diverses organisations de normalisation. Il s'agit notamment de :

- AASHTO T277, « Méthode d'essai normalisée pour la détermination rapide de la perméabilité aux chlorures du béton »
- ASTM C1202, « Test Standard pour indiquer la capacité électrique du béton à résister à la pénétration des chlorures »

De nombreuses structures en béton sont construites aujourd'hui avec des exigences pour le béton de faible perméabilité. L'industrie de la construction accepte cette procédure en tant qu'essai pour déterminer la perméabilité aux chlorures. Avant le développement de l'essai, la perméabilité aux chlorures a été mesurée par un test d'immersion, comme l'AASHTO T259-80, « La résistance du béton à la pénétration aux ions chlorures. » L'essai d'immersion prend généralement 90 jours ou plus et implique le prélèvement d'échantillons de béton à différentes profondeurs pour déterminer le profil des chlorures. La FHWA voulait un test qui pourrait être réalisé in situ. A cet effet, les chercheurs ont développé une méthode d'essai qui permettrait d'accélérer la migration. Ils ont constaté que lorsqu'un courant électrique est appliqué à une éprouvette de béton il augmente et accélère la vitesse de migration des chlorures dans le béton. Les chercheurs ont également constaté qu'en mesurant la quantité d'électricité (coulomb), les résultats se corrélaient avec ceux donnés par l'essai d'immersion. A partir de ces conclusions, les chercheurs ont élaboré des procédures d'essai qui sont actuellement spécifiées dans AASHTO T277 et ASTM C1202.

L'échantillon de béton est fixé entre deux compartiments remplis des solutions suivantes : NaCl 3 % et NaOH 0,3 N. L'essai consiste à appliquer entre les deux faces de l'échantillon une différence de potentiel de 60 V pendant 6 heures, et à mesurer toutes 30 minutes l'intensité du courant qui traverse l'échantillon. Le résultat de l'essai est une quantité d'électricité (en

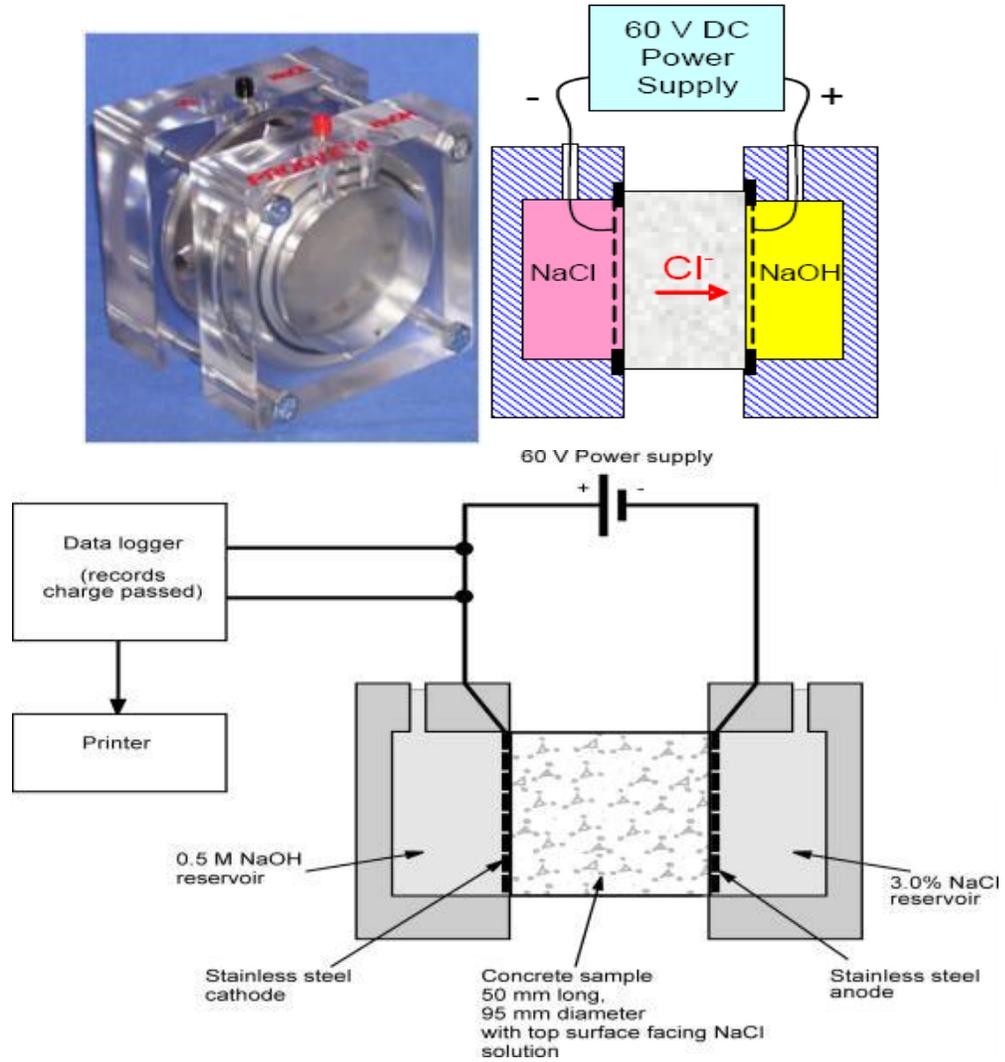
Coulomb) pour 6 h d'essai. Cependant, la mesure de charge au cours de l'essai peut résulter de la migration d'autres espèces ioniques que les chlorures – les ions hydroxyde en particulier – et donc ne pas fournir un classement performantiel pertinent.

#### ✓ **Principe de la méthode d'essai**

La présente méthode d'essai consiste à relever sur ampèremètre la quantité du courant électrique qui traverse un échantillon de béton d'une épaisseur de (51mm) d'épaisseur de (102mm) de diamètre nominal au cours d'une période de 6 heures. Une différence de potentiel de 60 V est appliquée à travers les extrémités de l'échantillon, dont l'un est plongé dans une solution de chlorure de sodium et l'autre dans une solution d'hydroxyde de sodium. La charge totale passée, en coulombs, est corrélée à la résistance de l'échantillon à la pénétration des ions chlorures.

Initialement développée pour des évaluations plus générales des matériaux, l'utilisation de la méthode d'essai a évolué dans la pratique et elle est maintenant utilisée dans des applications telles que le contrôle qualité. Dans de tels cas, il est impératif que la procédure de cure au moment de l'essai soient clairement définis.

- ✓ Réactifs et matériels
- ✓ Produits de calfeutrage en caoutchouc de silicone ou d'autres produits d'étanchéité en caoutchouc synthétique, graisses de silicone, et joints en caoutchouc,
- ✓ Pompe à vide, enceinte de saturation
- ✓ Chlorure de sodium en solution 3% en masse (qualité réactif) dans l'eau distillée.
- ✓ Solution d'hydroxyde de sodium 0,3 N (qualité réactif) dans l'eau distillée,
- ✓ Deux chambres symétriques (méthacrylate de méthyle), chacune contient une électrode,
- ✓ Thermomètre (0 à 120° C),
- ✓ Générateur de courant capable de fournir une tension de 60  $\pm$ 1 V en courant continu
- ✓ Ampèremètre,
- ✓ Voltmètre numérique (DVM), 3 chiffres, de 0 à 99,9 minimum gamme V, précision nominale 6 0,1%,
- ✓ Deux câbles conducteurs, n° 14 (1,6 mm),
- ✓ Divers accessoires du laboratoire de chimie,



**Figure II.25** Photo et schéma de principe d'une cellule de migration de type ASTM [ASTM, 07]

✓ **Interprétation des résultats**

Un tableau classant la résistance du béton à la pénétration des chlorures a été proposé par cette norme (voir tableau II.2).

**Tableau II.2.** Les cinq catégories indicatrices des niveaux de perméabilité aux chlorures du béton [ASTM, 07]

Charge ayant traversé l'échantillon de béton (Coulomb)	Perméabilité aux ions chlores	Type de béton (dosage E/C)
> 4000	élevée	E/C>0.6 ; élevé
> 2000 – 4000	modérée	0.4<E/C<0.5 ; modéré
> 1000 – 2000	faible	E/C<0.4 ; conventionnel
100 – 1000	très faible	béton à base de résine
< 100	négligeable	Béton imprégné de polymère, Béton polymère

Pour réduire les effets de la chaleur et les changements résultant de la conductivité au cours de la période de 6 heures d'essai, il a été suggéré de considérer les valeurs antérieures de façon à obtenir une quantité d'électricité équivalente à 6 heures. Par exemple, les données prises à 30 minutes seraient multipliées par 12 pour obtenir une valeur équivalente à 6 heures. Parce que les résultats du test sont très variables (comme pour la plupart, sinon la totalité, des tests de résistance de pénétration), deux ou trois spécimens sont habituellement testés pour chaque échantillon de béton. La charge totale traversant l'échantillon (en coulombs) est déterminée par le calcul de l'aire totale située sous la courbe du temps en fonction du courant. Par conséquent, les valeurs plus élevées à la fin de l'essai indiquent une plus grande perméabilité.

Si le courant est enregistré toutes les 30 minutes, la formule suivante peut être utilisée :

$$Q = 900(I_0 + 2I_{30} + 2I_{60} + \dots + 2I_{300} + 2I_{330} + I_{360}) \dots \dots \dots (II.17)$$

Où :

Q : charge ayant traversé l'éprouvette de béton (coulombs),

I<sub>0</sub> : courant (ampères) mesuré immédiatement après que la tension soit appliquée,

I<sub>t</sub> = courant (ampères) à l'instant t (min) après que la tension soit appliquée,

La FHWA (Federal highway administration) a recommandé une autre méthode, proposée initialement par Tang et Nilsson (1992), qui est très similaire à l'essai de perméabilité rapide des chlorures (NT Build 492). Au lieu d'utiliser la charge électrique totale (coulombs) pour évaluer la perméabilité, cette méthode permet la mesure directe de la profondeur de pénétration des chlorures. Pour mesurer cette dernière, une corrélation entre les deux méthodes a été développée qui consiste à exprimer les résultats en mm/V-h en divisant la profondeur moyenne de pénétration des chlorures par le produit de la tension appliquée et la durée de l'essai. Cette méthode nous permet de faire une comparaison entre la perméabilité rapide aux chlorures déterminé par AASHTO 277 et les valeurs de l'essai de migration selon NT BUILD 492 qui sont présentés au tableau II. 3

**Tableau II.3** Corrélation approximative entre essai AASHTO 277 et NT BUILD 492  
[www.concrete.org]

Rapid migration test value, mm/V-hr	Rapid chloride ion permeability test value, coulombs
0.034	3000
0.024	2000
0.012	800

Cette variante permet de classer de manière simple les bétons de composition différentes ; mais ne permet pas de déterminer un coefficient de diffusion du béton. C'est pour cette raison qu'elle n'a pas été prise en compte dans le cadre des essais croisés de migration du groupe GRANDUBE [GRA, 07].

La relation entre la conductivité électrique et la pénétration des chlorures peut aussi varier avec les modes de transport concernés. La diffusion par les espaces et fissures diffère de la diffusion à travers le béton endommagé; ainsi, la présence de défauts dans le béton peuvent influencer considérablement sur les résultats du test.

Il est difficile d'évaluer un béton de mauvaise qualité correctement à l'aide de la norme ASTM C1202 parce que la température des échantillons augmente lorsque le courant est appliqué (effet Joule), ce qui augmente la vitesse de diffusion. McGrath et Hooton ont proposé une modification visant à réduire ces effets. Le Sous-comité C09.66 ASTM est sur le point de terminer une nouvelle méthode d'essai selon la norme ASTM C1202 mais avec une durée de

5 minutes pour éliminer l'effet de chauffage et d'exprimer les résultats sous forme de conductivité ou de valeur de résistivité (des mesures simples de résistivité sont également en cours d'élaboration). Les Bétons de hautes performances peuvent être difficiles à distinguer les uns des autres parce que la charge totale qui passe est si faible à cause de leurs porosités qui demeurent très faibles [STE, 10]

### **II.3.4.2. AASHTO TP64 (basée sur la norme NT BUILD 492 [BUI, 99])**

#### **✓ AASHTO TP64**

Cette méthode d'essai est une procédure de migration rapide basée sur l'essai Nordtest Build 492, qui fonctionne sous le même principe que le test RCP ; mais il est conçu pour piloter des chlorures dans l'éprouvette de béton afin que leur profondeur de pénétration puisse être mesurée. Les échantillons ont les mêmes dimensions que pour le test RCP (AASHTO T 277). L'appareil de test est assez simple. L'éprouvette de béton est scellée dans un tube en néoprène et placé sur une électrode immergée dans une solution de NaCl dans un bac. La seconde électrode est placée dans le manchon immergé dans une solution de NaOH. Le potentiel à travers l'échantillon est fixé en fonction de sa conductivité initiale. Les principales différences entre les deux méthodes sont une concentration plus élevée de NaCl (10% contre 3%), la tension entre les électrodes est diminuée avec l'augmentation de la conductivité initiale, et la durée du test est de 24 heures au lieu de 6 heures. Après le test, l'échantillon est divisé en deux et pulvérisé avec une solution de nitrate d'argent pour fournir une indication visuelle de la profondeur de pénétration des chlorures. Les résultats des tests sont bien corrélés avec l'essai.

#### **✓ NT BUILD 492 [BUIL, 99]**

Cette norme est destinée pour la détermination du coefficient de migration des chlorures dans le béton. Le LMDC test est une méthode qui permet de mesurer rapidement le coefficient de diffusion des ions chlorures  $D_{nssm}$  à travers un matériau cimentaire grâce à un champ électrique.

#### **✓ Champ d'application**

La méthode est applicable pour étudier des échantillons à l'état durci dans le laboratoire ou sur des carottes prélevées d'une structure en béton. Le coefficient de migration des chlorures, déterminé par cette méthode, est une mesure de la résistance du béton à la pénétration des chlorures.

### ✓ Echantillonnage

Cette méthode exige l'utilisation des échantillons de béton de forme cylindrique dont le diamètre est de 100mm et d'une épaisseur de 50 mm. Ces échantillons peuvent être des cylindres de béton préparés au laboratoire ou carottés. Le choix des éprouvettes ainsi que leurs confections sont définies par les normes NT BUILD 201 [Buil1 84-05] et NT BUILD 202 [Buil2 84-05].

Le nombre d'échantillons utilisés par essai est de trois (03).

### ✓ Matériels (voir figure II.12)

- Tube en caoutchouc : Diamètre intérieur =100 mm, diamètre extérieur =115 mm, longueur =150 mm,
- Collier en acier inoxydable de dimensions : Ø105/115, longueur 20 mm
- Réservoir catholyte de dimensions (370x270x280 mm) (long x largeur x hauteur)
- Support en plastique
- Cathode : grille en acier inoxydable
- Anode : plaque en acier inoxydable ou plaque avec trous ép. = 0.5 mm
- Générateur de courant électrique capable de fournir une tension de  $0.6 \text{ V} \pm 0.1 \text{ V}$
- Ampèremètre capable d'afficher  $\pm 1 \text{ mA}$ .
- Thermomètre ou thermocouple avec possibilité d'afficher à  $\pm 1^\circ \text{ C}$ ,
- Tout outil convenable pour arracher des lamellaires de l'échantillon,
- Vaporisateur,
- Plaque en plastique d'épaisseur = 0.1mm
- Règle graduée à 1mm
- Matériel pour analyse du chlorure fixé par la norme NT BUILD 208 (matériel de labo chimie pour titrage)

Cet essai doit être effectué à une température de 20 à 25° C

### ✓ Méthode d'essai

Un champ électrique extérieur est appliqué à travers l'échantillon et force les ions de chlores à migrer.

A la fin de l'essai, on procède au fendage de l'échantillon puis on pulvérise une solution d'AgNO<sub>3</sub>. Ensuite, on mesure la profondeur de pénétration du chlorure matérialisée par l'apparition d'une couleur blanchâtre sur l'éprouvette qui est AgCl. Cette profondeur nous

permettra de calculer le coefficient de migration des ions chlores. Les différentes étapes de déroulement de cette partie expérimentale sont illustrées par la figure II.26.

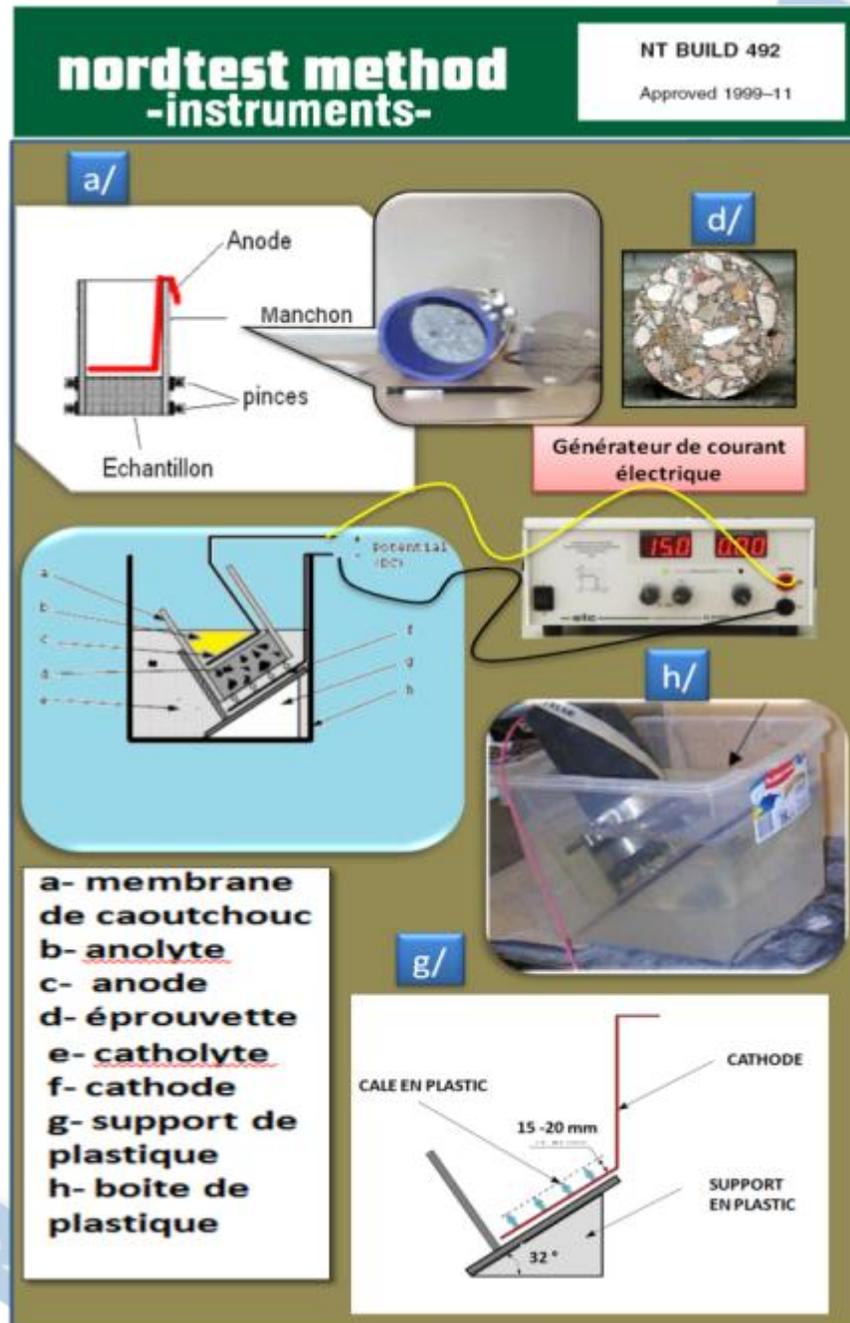


Figure II.26 Matériel utilisé pour l'essai de migration selon la norme NT BUILD 492 [BUI, 99]

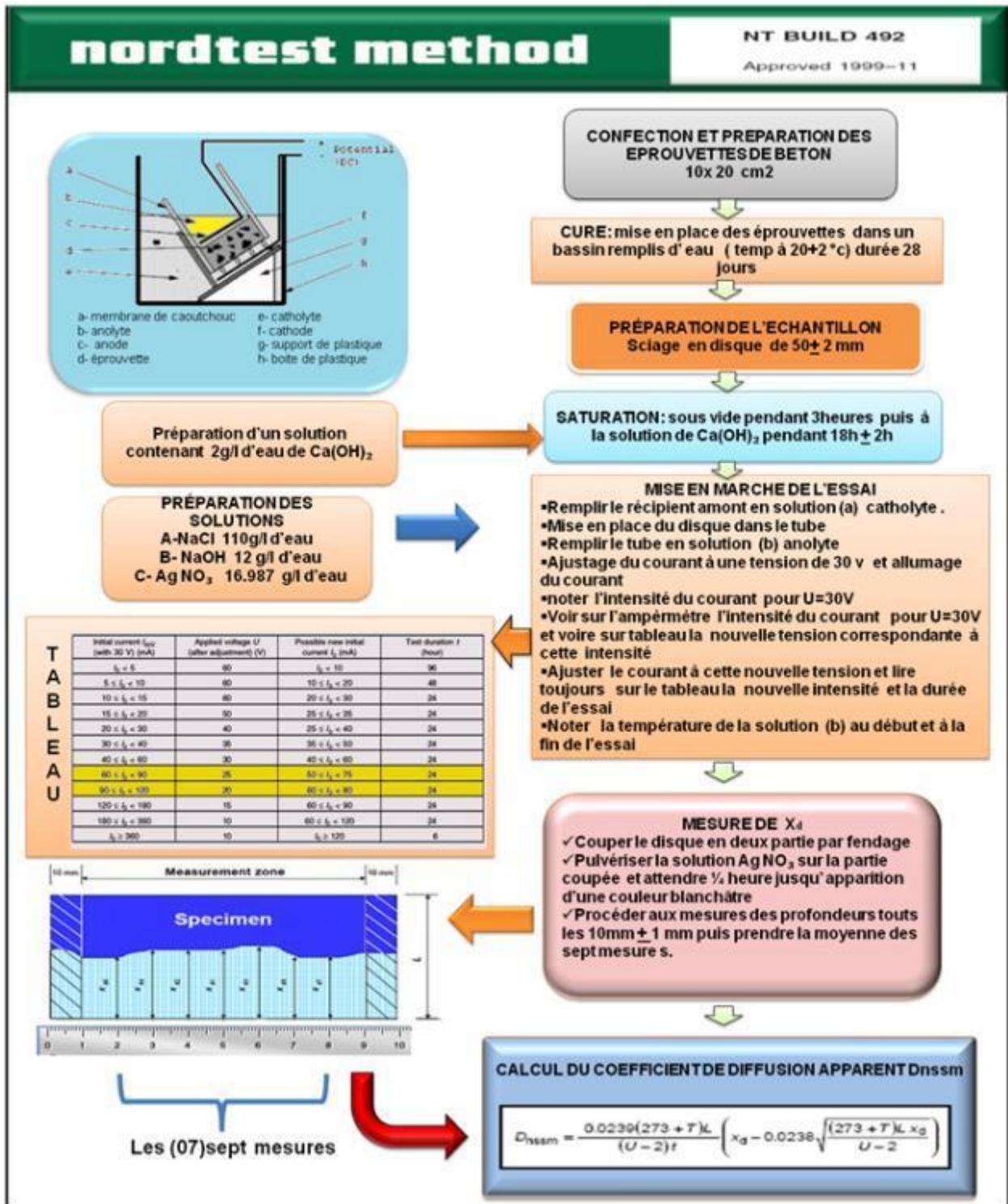


Figure II.27 Organigramme pour réaliser l'essai [BUI, 99]

Il n'existe pas pour les coefficients de diffusion des valeurs limites spécifiées pour définir un degré de résistance à la pénétration des ions chlorures. Mais des indications ont été données en rapport avec ce mode opératoire, pour des coefficients de diffusion mesurés à 28 jours (Tableau II.4) [ROZ, 07].

**Tableau II.4** Indications sur les niveaux de résistance à la pénétration des ions chlorures [Tange Jepsen et col., 2001 cité par ROZ, 07].

$D < 2.10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	Très bonne résistance contre la pénétration des chlorures
$D < 8.10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	Bonne résistance contre la pénétration des chlorures
$D < 16.10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	Résistance moyenne contre la pénétration des chlorures
$D > 16.10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	Ne convient pas pour un environnement agressif

### ✓ RELATION ENTRE COEFFICIENT DE DIFFUSION ET LE COEFFICIENT DE MIGRATION DANS LE BETON

Dans le but de clarifier la relation entre les différents coefficients ( $D_{nssm}$ ) selon NT BUILD 492, ( $D_{SSM}$ ) selon NT BUILD 355 et ( $D_{nssd}$ ) selon NT BUILD 443, une étude a été élaborée par Qiang Yuan [YUA, 08] sur un béton dont la composition est consignée dans le tableau II.5

**Tableau II.5** Composition du béton utilisé

CONSTITUANTS	COMPOSITION
EAU ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	182
CIMENT ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	380
GRAVIER ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	1217
SABLE ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	627
Affaissement (mm)	172
Densité ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	2487
Air occlus	1.1%
Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	46.7

Le ciment utilisé est un ciment Portland (CEM I 52,5 N), conforme à la norme EN 197-1 (2000). La durée pour les trois essais est de 56 jours. Les concentrations des solutions de chlorure

utilisée dans l'étude sont de 1 mol / l, au lieu des concentrations préconisées par les normes. Les résultats ont donné les coefficients suivants:

- ✓  $D_{nssm} = 10,66 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$
- ✓  $D_{ssm} = 0,5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$
- ✓  $D_{nssd} = 8,31 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$

A partir de ces essais, on peut conclure que les méthodes d'essai en régime transitoire (NT Build 492 et 443) ont donné des résultats de résistance aux chlorures des bétons qui se rapprochent, bien qu'ils soient différents. Par contre, le coefficient de migration déterminé par la NT Build 355 est jugé très faible. Cette différence est due à la non prise en compte des isothermes d'interaction des chlorures avec le matériau ainsi que les effets multi-espèces dans les hypothèses pour déterminer le coefficient de migration  $D_{ssm}$  [DEB, 08]. Les deux coefficients  $D_{nssm}$  et  $D_{nssd}$  déterminés en régime transitoire ont donné une bonne estimation du coefficient de diffusion.

Pour de faibles concentrations en chlorures, environ 50 g/l, le coefficient de diffusion apparent permet de calculer le coefficient de diffusion effectif (équation II.18), le plus utile pour les modèles de prédiction, uniquement grâce à la porosité compte tenu des hypothèse rappelées et en négligeant également les effets de tortuosité et de constructivité [Van Brakel et Heertjes, 1974 cité par DEB, 08].

$$D_{eff} = D_{nssm} \cdot p \dots\dots\dots(\text{II.18})$$

Le coefficient de diffusion apparent  $D_{nssm}$  déterminé par la norme NT BUILD 492 ne permet pas d'estimer le coefficient  $D_{eff}$  selon l'équation II.18, car cette norme recommande l'utilisation, pour l'essai, d'une concentration élevée qui est de 110g de NaCl par litre d'eau.

## II-4 ESSAIS IN SITU

L'évaluation des essais in situ des ouvrages en béton vise un objectif majeur : obtenir des informations de nature à contribuer au diagnostic de l'état de l'ouvrage ou à alimenter des modèles de prédiction de durée de vie et/ou de requalification. Parmi les informations importantes à évaluer in situ, les teneurs en eau et en chlorures des bétons sont des indicateurs pathologiques pertinents, notamment vis-à-vis du risque de corrosion. La quantification de ces grandeurs physiques in situ et l'évaluation de leurs variations spatiales au sein des structures

présentent donc un intérêt évident. L'évaluation non destructive tend à devenir un maillon incontournable dans la chaîne du diagnostic des ouvrages en béton. Mais des développements visant à améliorer les techniques, à définir leur sensibilité et à valider leur applicabilité sur sites sont nécessaires.

## II.4.1 Essais destructifs

### II.4.1.1 les profils de chlorures

Les profils de chlorures sont mesurés sur des carottes, soit immédiatement après l'extraction par broyage hors matériau en couches parallèles à la surface exposée, ou directement avec des échantillons de poussières collectées à partir des structures. Les échantillons de poussière seront analysés au laboratoire pour la détermination de la teneur en chlorure totale dans chaque échantillon.

#### ✓ Matériel utilisé

Il se compose de :

- Un marteau perforateur avec jauge de profondeur de mesure (le diamètre du forage est de 12 mm).
- Equipement pour mesurer l'épaisseur de la couverture de béton et de localiser le renforcement des barres,
- Equipement pour recueillir la poussière-échantillons (une brosse, un sac en plastique et une tasse pour recueillir la poussière)
- un pistolet à air, pour nettoyer les trous de la poussière.



**Figure II.28** Exemple de prélèvement des échantillons de poussières à partir d'une structure en béton [AFGC, 03].

Le forage doit être choisi de telle manière, que les aciers soient évités. La poussière de béton une fois récupérée à différentes profondeurs, sera utilisée au laboratoire pour déterminer la teneur en chlorures dans les différentes couches de la structure en béton.

#### ✓ **Dosage en chlorures**

La mesure de la teneur en chlorures fournit des données concernant la cause de la corrosion.

Plusieurs méthodes sont utilisées pour déterminer le dosage en chlorures. Elles permettent de fournir une estimation de la quantité de chlorures libres (non piégés) dans le béton, ou de mesurer la quantité de chlorures totaux (extraits à l'acide) en utilisant différentes techniques (électrodes spécifiques, titrimétrie, etc.) [HAJ, 08]. Bien sur toutes ces mesures seront réalisées au niveau du laboratoire.

#### **II.4.1.2. Méthodes de prélèvements des carottes de béton**

Des prélèvements sont effectués, si nécessaire, dans des zones représentatives des états de dégradation, par carottage ou forage. Une procédure AFREM [AFREM, 97] donne des indications sur ce point. Le forage est utilisé, par exemple, pour estimer la pénétration des chlorures. Dans ce cas, il concerne des profondeurs successives, de l'ordre du centimètre.

#### ✓ **Objet et domaine d'application**

Certains essais, destinés à analyser les modifications des propriétés du béton ainsi que les profondeurs de dégradation, ne peuvent être réalisés *in situ* (figure II.29). En conséquence, il convient de prélever des échantillons sur le lieu et de les rapporter dans un laboratoire [LPC, 05]. Les essais nécessitant le prélèvement de carottes sont les suivants :

- Essais mécaniques,
- Détermination des profils de chlorures,
- Détermination de la résistivité,
- Essai de colorimétrie, etc.



**Figure II.29** : Différentes étapes d'élaboration d'un carottage [VIRA, 07].

### ✓ MÉTHODOLOGIE

Le choix des zones de prélèvement ainsi que du nombre de prélèvements est fonction des caractéristiques que l'on veut mettre en évidence et de l'étendue des dégradations. Le carottage ne doit pas porter atteinte à la stabilité ou à la résistance structurelle de l'ouvrage. À noter que les armatures devront être repérées avant le carottage

Le stockage des carottes est conforme à la norme NF EN 12504-1 [NF EN 12504-1, 00]. Les carottes doivent être protégées contre la dessiccation et pour ce faire, mises dans un sac en plastique fermé à chacune de ses extrémités. Les dimensions minimales des carottes sont fonction des essais auxquels elles sont destinées.

Pour les essais mécaniques : le diamètre doit être au moins égal à 3 D (D = dimension du plus gros granulat). Un élancement de 2 est souhaitable.

A la fin du prélèvement, il est recommandé de reboucher les trous des carottages à l'aide d'un mortier à retrait limité.

## II.4.2 Essais non destructifs

### II.4.2.1 Mesures de la résistivité

La résistivité électrique du béton, située entre  $10^3$  et  $10^7$  ohm.cm, est liée à la composition de la solution interstitielle, la microstructure du béton, l'humidité, la teneur en sels et la température [HAJ, 08]. Elle a été utilisée pour évaluer indirectement les caractéristiques du béton comme la diffusion des ions chlores, le degré de saturation et l'agressivité. Les mesures de résistivité se font de préférence dans les endroits sans armature.

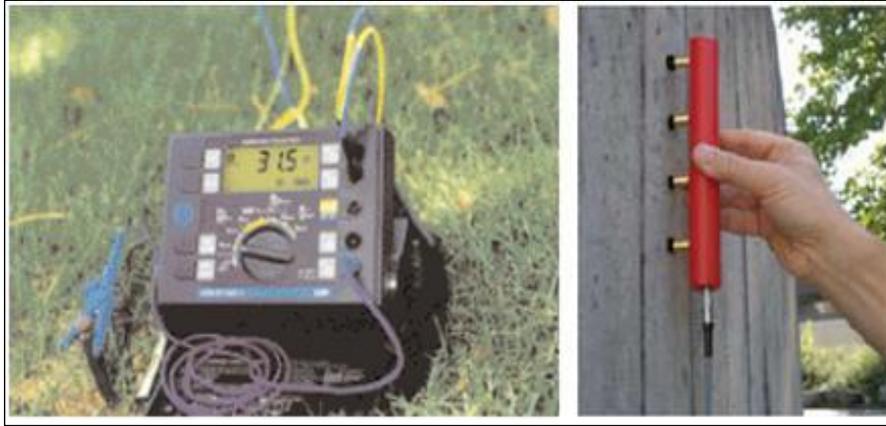
La corrosion étant un phénomène électrochimique, et le béton étant un conducteur, la résistivité électrique de ce dernier est un paramètre significatif de l'intensité des échanges. Celle-ci dépend toute fois d'un certain nombre de paramètres : teneur en eau du béton, composition chimique de la solution interstitielle (présence de sels), etc.

Les mesures de résistivité sont souvent utilisées en parallèle avec les mesures de potentiel, pour affiner le diagnostic de la corrosion. En effet, la vitesse de corrosion est contrôlée par la facilité avec laquelle les ions en solution passent au travers du béton, d'une zone anodique à une zone cathodique. Ainsi, de larges gradients de potentiel associés à de faibles résistivités seront caractéristiques de fortes vitesses de corrosion.

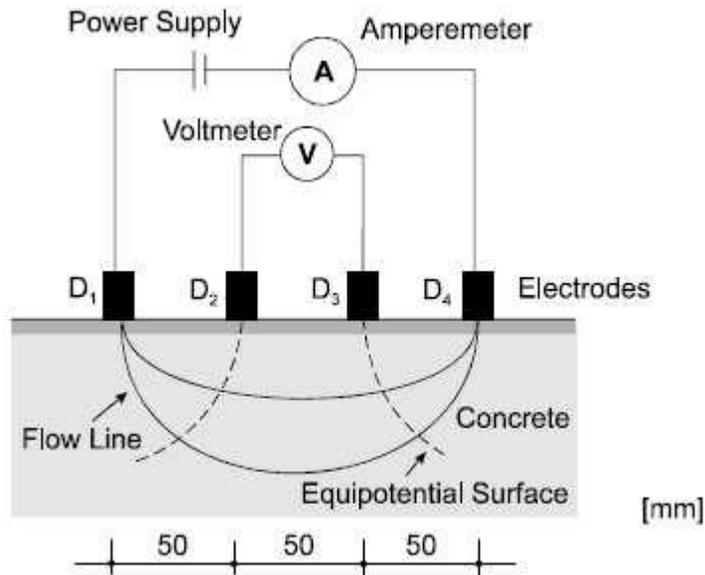
**Tableau II.6** Probabilité de corrosion en fonction de la valeur de la résistivité [HAJ, 08]

Résistivité électrique	Taux de corrosion
$R > 20 \text{ k}\Omega\text{cm}$	Faible
$10 < R < 20 \text{ k}\Omega\text{cm}$	Faible à modéré
$5 < R < 10 \text{ k}\Omega\text{cm}$	Elevé
$R < 5 \text{ k}\Omega\text{cm}$	Très élevé

Parmi les méthodes utilisées pour la mesure de la résistivité, il y a la méthode à 4 électrodes dite de Warnner (voir fig.II.30). Les mesures peuvent être influencées par la présence d'armatures à proximité du point de mesure, par l'effet d'échelle, ou par la présence d'une couche de surface ayant une résistivité différente de celle du cœur du béton. Par ailleurs, le principe même de la mesure par cette méthode présente ses limites.



**Figure II.30** Sonde Wenner à quatre points



**Figure II.32** Schéma de principe de la sonde Wenner [HAJ, 08]

Par rapport à la méthode classique à quatre électrodes, la méthode de Wenner impose un positionnement précis des électrodes les unes par rapport aux autres : en ligne et équidistantes (distance A), ce qui simplifie la formule de la résistivité apparente :

$$\rho = 2\pi A \frac{\Delta V}{I} \dots\dots\dots (II.19)$$

Où :

$\rho$  : résistivité [ $\Omega.m$ ],

A : distance entre les sondes [m],

$V/I = R$  : résistance affichée sur l'appareil de mesure de terre [ $\Omega$ ].

#### II.4.2.2. Méthode électromagnétique

La technique radar est considérée comme un outil usuel dans l'évaluation non destructive des ouvrages en béton. Elle est utilisée pour la recherche d'objets enfouis dans le béton (des armatures, des câbles ou des inserts métalliques) ou pour la reconnaissance de discontinuités ou de géométries. Des recherches relativement récentes ont montré que le radar peut également être utilisé comme un outil de caractérisation de l'état du matériau ce qui lui ouvre de nouveaux champs d'application (Laurens, 2001), (Garciaz, 2001), (Dérobert, 2003) [BAL, 07].

Le signal radar permet de déterminer deux indicateurs du béton qui sont essentiellement ciblés, la teneur en eau et la teneur en chlorures.

##### ✓ Le principe de la technique du radar

Un radar permet d'émettre une impulsion électromagnétique qui va se propager en s'atténuant plus ou moins dans le milieu ausculté. Les interfaces présentant un contraste de propriétés électromagnétiques réfléchissent une partie de l'énergie émise par la source. Ces réflexions sont enregistrées par le récepteur pendant un intervalle de temps prédéfini par l'opérateur et constituent un radar-gramme montrant l'amplitude du signal reçu en fonction du temps.

##### ✓ Sensibilité de la technique radar vis à vis de la détection des armatures

La figure II.33 montre le type de radar-gramme que l'on peut supposer obtenir pour une dalle de béton armé possédant deux lits d'armatures lors d'une auscultation radar en mode bistatique par des antennes couplées. Sur cet exemple, l'énergie rayonnée par l'antenne qui constitue le « signal source » ou « signal incident » se propage dans toutes les directions du demi-espace matérialisé par l'interface air/béton en dessous de l'antenne émettrice (E) [BAL, 07].

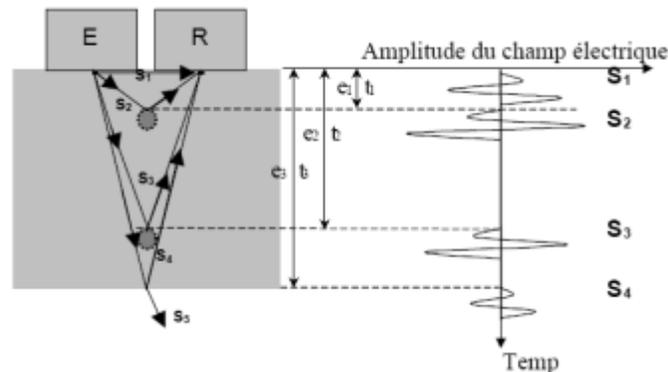
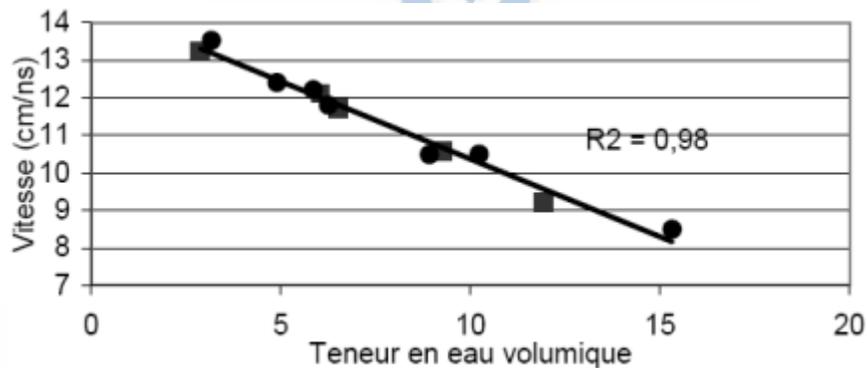


Figure II.33 Schéma de principe de l'auscultation radar sur une dalle en béton armé [BAL, 07]

Une partie du signal incident est directement transmise à l'antenne réceptrice (R), c'est le signal S1 qui constitue l'onde directe émetteur récepteur. Une part de l'énergie rayonnée va se réfléchir sur les armatures du 1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> lit, ce qui constitue les signaux S2 et S3 et ainsi de suite pour les interfaces suivantes. Généralement l'antenne est déplacée sur un profil linéaire et des radar-grammes sont enregistrés suivant un pas centimétrique. Ces radar-grammes sont ensuite traités par seuillage et représentés en niveaux de gris ou de couleurs. Leur juxtaposition permet d'obtenir une image en deux dimensions de la structure auscultée appelée « coupe-temps », classiquement utilisée pour le repérage des armatures.

#### ✓ Sensibilité de la technique radar vis à vis de la teneur en eau

La figure II.34 montre que la variation de la vitesse de l'onde directe dépend uniquement et de manière linéaire du volume d'eau et non du type de béton ou de sa porosité intrinsèque. Dans ce cas, l'eau n'intervient que pour accroître la valeur de la vitesse de l'onde directe. Ce résultat est intéressant vis à vis des applications pratiques de la technique puisque la seule mesure de vitesse permettrait de remonter à la teneur en eau volumique d'un béton



**Figure II.34** Variation de la vitesse de l'onde directe en fonction de la teneur en eau volumique [BAL, 07].

#### ✓ Sensibilité du technique radar vis à vis des chlorures

Les ondes électromagnétiques émises par le radar sont sensibles à la présence des chlorures dans la solution interstitielle. Plus la quantité de sel est importante plus l'atténuation de l'onde est forte, de façon significative. Ceci est à relier à des pertes plus importantes en présence de sels, essentiellement à cause d'une plus forte conduction ionique.

#### II.4.2.3. La technique capacitive : Evaluation de la teneur en eau

A l'heure actuelle, la technique capacitive est l'une des méthodes de contrôle non destructive

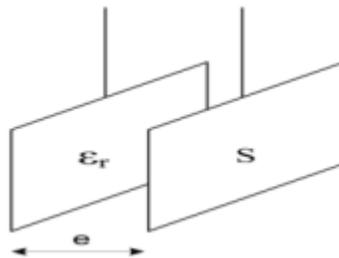
commerciallement disponible pour évaluer la teneur en eau des bétons. Le principe de la technique repose sur la mesure de la fréquence de résonance d'un circuit oscillant entre deux électrodes posées sur la surface du béton qui se comporte comme le diélectrique d'un condensateur. La fréquence mesurée dépend de la géométrie des électrodes et des caractéristiques du béton. En pratique, la fréquence de résonance varie en fonction de la nature diélectrique du béton, dépendant elle-même principalement de la teneur en eau. C'est une technique de mesure d'humidité couramment employée sur les structures en maçonnerie. Dans le cas d'électrodes planes et parallèles de même surface (condensateur plan de la figure II.35), la valeur de la capacité C en Farad est donnée par la formule :

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \cdot S/e \dots \dots \dots (II.20)$$

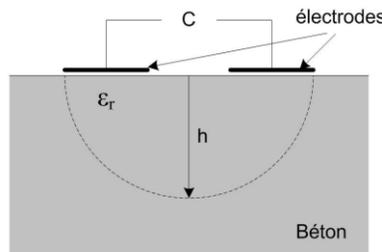
Avec :

- S = surface d'une électrode (en m<sup>2</sup>),
- e = écartement des électrodes (en m),
- $\varepsilon_0$  = permittivité absolue du vide (8,85. 10<sup>-12</sup> F/m),
- $\varepsilon_r$  = constante diélectrique relative du matériau situé entre les électrodes.

On remarque que la valeur de la capacité est proportionnelle à la constante diélectrique, et, en particulier, plus le matériau contient l'eau, plus la capacité est élevée [VIR, 08].



**Figure II.35** Schéma d'un condensateur plan



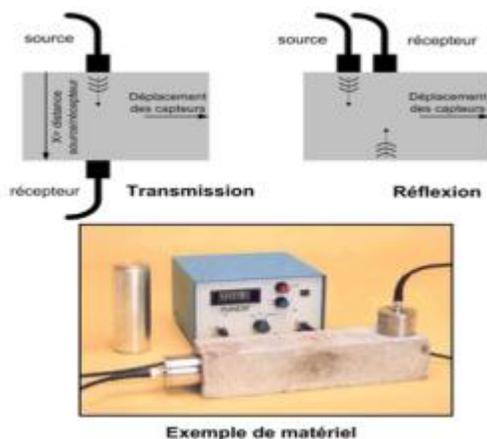
**Figure II.36** Principe du dispositif de mesure en surface de la technique capacitive

L'interprétation des résultats fournis par cette technique nécessite de procéder à un étalonnage du système. En outre, les difficultés de couplage entre les électrodes et le béton (en particulier si la surface est rugueuse) rendent les mesures difficiles et nuisent à leur répétabilité. Il est cependant possible d'en extraire des informations relatives et de proposer par exemple une carte d'indice d'humidité [VIR, 08].

#### **II.4.2.4. Ondes mécaniques ultrasonores** : Evaluation de la porosité du béton

Parmi les techniques d'évaluation non destructive existantes, les techniques basées sur la propagation d'ondes mécaniques, notamment ultrasonores, sont les seules présentant une aptitude reconnue à l'évaluation de la porosité du béton. Plusieurs travaux basés sur l'analyse de la vitesse de propagation et de l'atténuation d'amplitude des ondes ultrasonores ont été conduits pour estimer la porosité du béton [Hernandez et col., 2000 et Vergara et col., 2001 cités par VIR, 08]. Ce type d'ondes est sensible à la porosité au travers de l'influence de celle-ci sur l'impédance acoustique du milieu de propagation. Cependant, l'impédance acoustique est également sensible à d'autres propriétés telles que le module d'élasticité et la teneur en eau, et il est souvent difficile, voire impossible, de dissocier ces différents effets sur une mesure acoustique. Il n'existe donc pas de loi physique directe liant explicitement la porosité aux caractéristiques des ondes ultrasonores et il convient donc de procéder à un étalonnage de la mesure. Si l'étalonnage n'est pas envisageable, il est toutefois possible d'identifier des contrastes de porosité à condition d'être sûr que les autres facteurs influents sont invariants à l'échelle de la zone auscultée. Des lois empiriques existent comme celles proposées par Lafhaj [Lafhaj et al. 2006 cité par VIR, 08]. Les mesures peuvent être réalisées en mode transmission ou réflexion et des outils d'utilisation simplifiés sont disponibles dans le commerce (figure II.37).

L'accès à deux faces opposées n'est donc pas indispensable, mais on peut noter cependant des difficultés d'application in situ en raison de problèmes de méconnaissance des dimensions des éléments auscultés [VIR, 08].



**Figure II.37** Principe schématique de la mise en œuvre des techniques ultrasonores et exemple de matériel commercial [VIR, 08].

## II.5. AVANTAGES ET INCONVENIENTS

Il est important de souligner, que les résultats obtenus avec ces méthodes expérimentales ont des avantages et des inconvénients. Ils dépendent des considérations théoriques utilisées pour dépouiller ces essais. Les coefficients de diffusion effectifs obtenus ne sont donc pas les coefficients de diffusion intrinsèques recherchés (c'est à dire ceux qui ne dépendent que du matériau et de l'espèce diffusante considérée). En parallèle à ces essais de laboratoire, les essais in situ -et en fonction du matériel disponible sur le marché pour effectuer ces essais- qui ne sont pas encore standardisés, présentent eux aussi des avantages et des inconvénients.

### II.5.1. Les essais de diffusion en régime permanent

Un certain nombre de remarques générales à l'essai de diffusion peuvent être faites :

- Ces essais sont les plus proches des phénomènes rencontrés en milieu naturel.
- Compte tenu de la lenteur des processus de diffusion ( $D_{\text{Fick1 Cl}^-}$  est de l'ordre de  $10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  dans les matériaux cimentaires à comparer à  $D_{\text{Cl}^-}$  valant  $2,03 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  en solution libre), cet essai est bien souvent limité à des matériaux tels que des pâtes de ciment et mortiers pour les quels l'épaisseur peut être réduite tout en conservant une bonne représentativité du matériau (V.E.R.).
- Le dépouillement d'un tel essai par la première loi de Fick suppose que les espèces diffusantes soient des espèces non chargées ce qui n'est pas le cas des ions chlores.

- Le flux de l'espèce diffusante étudiée est également supposé être indépendant des mouvements des autres espèces.
- Le matériau est considéré comme étant stable et inerte durant toute la durée de l'essai malgré les évolutions de concentration des espèces présentes dans la solution interstitielle. En conséquence, le coefficient de diffusion effectif est supposé indépendant du temps et représentatif du matériau dans sa configuration microstructurale initiale.
- Les conditions aux limites sont supposées constantes malgré les périodes inter-renouvellements pendant lesquelles les solutions des compartiments évoluent.

### **II.5.2. Les essais de diffusion en régime transitoire**

- L'avantage principal de cet essai est d'être une bonne simulation des conditions d'exposition réelle avec une durée d'essai acceptable.
- La procédure d'obtention du profil en chlorures par grignotage et dosages chimiques est très longue et fastidieuse [DEB. 08],
- La possibilité de déterminer un coefficient de diffusion effectif dépendant de la concentration, par un seul essai et de vérifier les isothermes d'interactions,
- Des incertitudes de calcul liées à la précision de la détermination des profils pouvant être relativement importantes.
- Le non prise en compte du fait que les chlorures sont des espèces chargées pouvant interagir avec les autres espèces ioniques présentes dans la solution interstitielle.

### **II.5.3. Les essais d'immersion**

- L'intérêt est d'être proche des conditions réelles des ouvrages mis en contact avec des agents diffusants,
- Une durée réduite par rapport à un essai réalisé en régime permanent même si cette dernière est encore importante (plusieurs mois),
- Un dépouillement pas très satisfaisant, notamment à cause des hypothèses sous-jacentes. Les hypothèses relatives à la non dépendance du coefficient de diffusion apparent par rapport au temps et aux concentrations testées, sont des hypothèses fortes qui conduisent bien souvent à corriger les résultats trouvés. Le matériau est également considéré comme parfaitement homogène, ce qui peut engendrer des écarts entre la courbe théorique et la courbe expérimentale des profils de concentrations,

- Le mouvement des autres espèces présentes n'est pas pris en compte. Ce point est d'autant plus discutable lorsqu'il s'agit d'étudier la diffusion d'espèces ioniques qui sont influencées par les autres ions présents en solution,
- Le matériau est considéré comme étant inerte. Par conséquent, les phénomènes de lixiviation et de carbonatation ne sont pas pris en compte.

#### **II.5.4. Les essais de migration en régime permanent**

- La durée des essais est nettement plus faible que pour les essais de diffusion. En effet, ceux-ci peuvent être généralement réduits à quelques jours ou semaines.
- La mise en œuvre de cet essai peut être relativement lourde du fait des quantités de solution à préparer et à renouveler fréquemment,
- Les dépouillements de l'essai peuvent être multiples mais nécessitent la multiplication des paramètres à mesurer et à contrôler (le champ électrique appliqué, l'intensité, ...),
- Les phénomènes mis en jeu ne sont pas nécessairement bien maîtrisés. Dans les dépouillements des études élaborées, les interactions électriques avec les autres espèces ioniques ne sont pas prises en compte, l'influence des conditions d'essai et du champ électrique sur le matériau n'est pas considérée.

#### **II.4.5. Les essais de migration en régime transitoire**

- Ce mode d'essai nous permet l'évaluation rapide (au bout de 24 h) du coefficient de diffusion apparent selon la norme NT BUILD 492, sans intervention quelconque pendant cette durée contrairement aux essais en régime permanent qui nécessitent des prélèvements pour dosage.
- L'obtention du résultat est aussi très simple puisqu'il n'est effectué qu'un fendage de l'éprouvette, une pulvérisation de  $\text{AgNO}_3$  et la mesure du front d'avancement des chlorures, contrairement aux autres méthodes où soit des dosages chimiques, soit des suivis de courant sont nécessaires.
- Cette méthode est clairement la plus efficace et la plus économique devant le nombre d'opérations réduites et l'absence de dosages chimiques.
- L'économie est également réalisée avec le matériel, puisque il n'y a pas besoin d'utiliser des électrodes de bonne qualité, car la encore sans dosage, la propreté des solutions anodiques et cathodiques n'est pas nécessaire.

- D'un point de vue théorique, rappelons les principales hypothèses : les isothermes d'interaction des chlorures avec le matériau ne sont pas prises en compte ainsi que les effets multi-espèces.
- Le coefficient de diffusion obtenu est  $D_{nssm}$ . Ce coefficient de diffusion apparent permet de calculer le coefficient de diffusion effectif, le plus utile pour les modèles de prédiction, uniquement grâce à la porosité [DEB, 08].
- Le béton de mauvaise qualité est difficile à évaluer correctement à l'aide de la norme ASTM C1202 parce que la température des échantillons augmente lorsque le courant est appliqué (effet Joule), ce qui augmente la vitesse de diffusion.
- Il est très difficile de réaliser cet essai (ASTM C1202) pour les bétons de hautes performances à cause de la charge électrique totale (coulomb) qui est très faible (porosité très faible).
- L'utilisation des adjuvants peuvent influencer les résultats finaux.

#### **II.5.6. Les essais destructifs (ED)**

- Vérifier la conformité des hypothèses,
- Détecter un défaut, un endommagement,
- caractériser un défaut, un endommagement,
- Mesures locales (ne peuvent être généralisées, sans information préalable) peuvent être effectuées au hasard, dans des zones pas forcément représentatives,
- Prélèvements pas toujours réalisables (accessibilité, sensibilité des ouvrages, esthétique)
- Coûteux.

#### **II.4.7. Les essais non destructifs (END)**

- Reconnaissance à grande échelle, fournissant un panorama global de l'ouvrage et une image moyenne de ses propriétés
- Localisation des éventuelles zones à problème, dans lesquelles on pourra recourir à d'autres analyses,
- Adaptées aux conditions de mesure sur site,
- Généralement rapides, grand rendement,
- Coût raisonnable.

- Regagner la confiance des maîtres d'ouvrage, en mettant à disposition une information précise et objective pour les méthodes d'évaluation non destructives (MEND) employées le plus couramment.
- Les méthodes d'évaluation non destructives ne sont pas la panacée en matière d'auscultation.

## II.6. CONCLUSION

En ce qui concerne la diffusion des ions chlorures, l'analyse des mécanismes et des essais existants a permis de sélectionner deux modes opératoires :

- l'essai de migration en régime permanent qui a l'avantage de découpler les effets de la fixation des chlorures par la matrice cimentaire et les effets des caractéristiques du réseau poreux. Il peut donc être utilisé pour la compréhension des phénomènes, pas uniquement dans le cas de la pénétration des chlorures, mais aussi pour la pénétration d'autres substances agressives,
- l'essai en régime transitoire a l'avantage de la représentativité, comme permettent de le supposer l'analyse des mécanismes mis en jeu, et les résultats des études menées sur ce sujet.

Il ya un certain nombre de méthodes d'essai ASTM et AASHTO pour évaluer la résistance du béton à la pénétration des substances agressives notamment les ions chlorures. Ils mesurent la pénétration des électrolytes au sein du béton par des mécanismes différents et doivent être choisis en fonction des conditions environnementales auxquelles les ouvrages seront exposés afin d'adapter la composition du béton.

Certains tests sont longs à réaliser et ne conviennent que pour la recherche ou des tests de présélection. Les essais de conductivité électrique demeurent de bons indicateurs de la résistance du béton à la pénétration des polluants. Jusqu'à l'obtention de meilleurs tests standards, est disponible : l'indice des tests rapides, telle que la norme ASTM C1202 ou AASHTO TP 64, qui sont les plus utiles.

## Chapitre III. Partie expérimentale

### III.1 INTRODUCTION

Au cours des deux dernières décennies, de nombreuses recherches ont été effectuées dans le but de prédire la durée des ouvrages en béton armé exposés à l'eau de mer, notamment aux ions chlorures.

Ces derniers attaquent l'armature du béton sous un processus électrochimique qui se manifeste par la transformation graduelle du fer en oxydes de fer, engendrant une perte de section et développement d'une couche de produit de corrosion autour des barres d'aciers. Cette expansion mène à une diminution de la ductilité et de la résistance des éléments armés.

Ces chlorures peuvent être rencontrés dans un milieu poreux cimentaire sous plusieurs formes : chlorures libres en solution, physiquement liés à la matrice, chimiquement liés et éventuellement cristallisés. Seuls les chlorures libres sont considérés comme les principaux acteurs dans les processus de corrosion des armatures [FRA, 98].

Devant pareille situation, et vu le rôle stratégique du point de vue économique que joue le béton, les indicateurs de durabilité restent parmi les éléments essentiels à déterminer pour caractériser le béton et prédire son vieillissement et constituent ainsi les recommandations obligatoires à inclure dans les prescriptions techniques des cahiers des charges selon l'importance de l'ouvrage.

Notre objectif à travers cette recherche, est d'effectuer des simulations par la réalisation d'essais au laboratoire dit de migration sous champ électrique, répondant à la norme NT BUILD 492 [BUI, 99] sur des échantillons de béton ordinaire à base de matériaux locaux, durci en milieu saturé. Ces essais nous permettent de déterminer, en régime transitoire, le coefficient de diffusion apparent  $D_{nssm}$  (Non-Steady-State Migration).

Comme les conditions climatiques sont variables, nous avons préconisé l'étude de l'effet de la température sur le phénomène de transfert des ions chlorures dans le béton. Dans cette perspective, nous avons réalisé un programme expérimental afin d'évaluer la résistance d'un béton face à une attaque des chlorures sous l'effet d'un gradient thermique.

Les résultats de nos essais ont effectivement confirmé que le couplage concentration en chlorures - gradient thermique utilisé (0, 20 et 40° C) a un effet non négligeable sur la valeur du coefficient de diffusion qui est un indicateur de durabilité de premier ordre. Ce couplage a une

forte incidence sur le transfert des ions et l'introduction de cet effet dans les modèles prédictifs est par voie de conséquence importante.

### III.2. MATERIAUX

Nous présentons dans cette partie, les divers matériaux utilisés dans le cadre de notre programme expérimental.

#### III.2.1. Agrégats

Pour la composition du béton, nous avons utilisé les granulats calcaires concassés provenant de la carrière de l'Entreprise Nationale des Granulats de Sidi-Abdelli sis à la wilaya de Tlemcen. Leurs granulométries sont définies comme suit :

- Sable de granulométrie 0,0 – 3,0 mm de masse volumique apparente  $1,47 \text{ T/m}^3$ ,
- Trois Graviers de granulométries respectives 3,0 – 8,0 mm, 8,0 – 16,0 mm et 16,0 – 25,0 mm. Ces trois derniers ont une masse volumique apparente de  $1,35 \text{ T/m}^3$ .

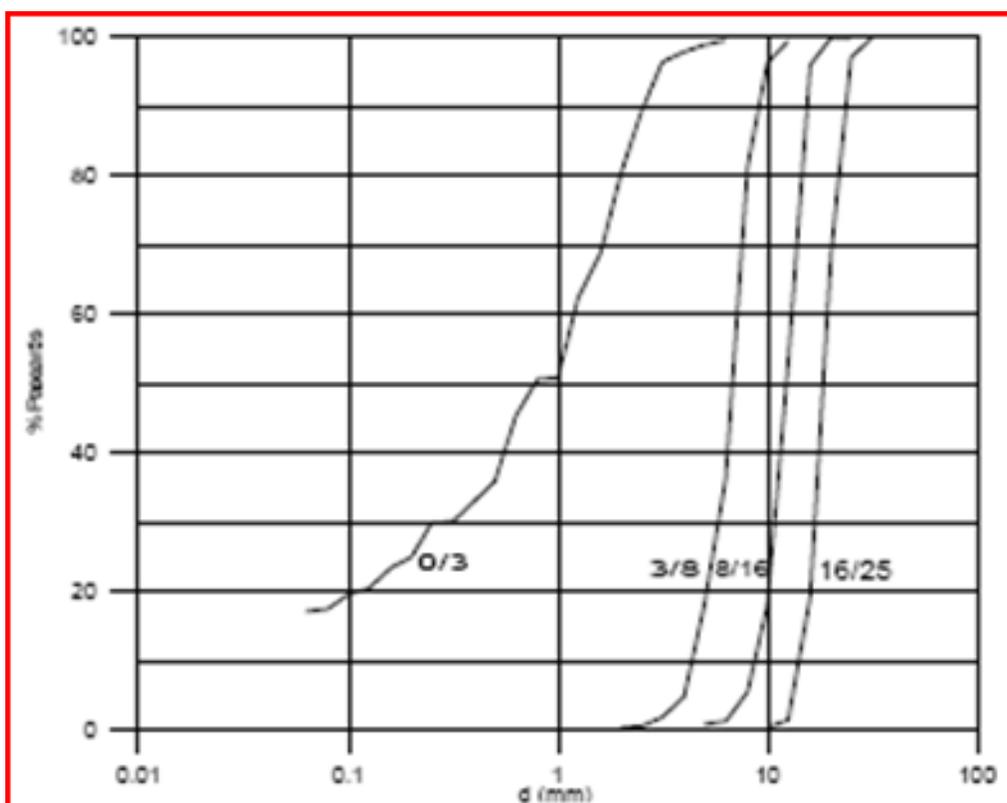


Figure III.1. Courbes granulométriques des granulats Djebel Abiod [BOU, 10].



Figure III.2 Carte de localisation de la carrière de l'ENG Sidi Abdelli.

### III.2.2. Ciment

Le ciment retenu pour la composition du béton est un ciment Portland composé de classe CPJ-CEMII/A 42,5 selon la norme NA 442/2000 produit par la cimenterie de Béni-Saf.

Il est constitué de :

- Minimum de 80% de clinker,
- 5 à 15 % de pouzzolane naturelle.

Les caractéristiques chimiques et physiques sont présentées dans les tableaux III.1 et III.2.

Tableau III.1 Composition chimique du ciment de Béni-Saf CEMII/A CPJ 42.5

SiO <sub>2</sub> (%)	27.97	K <sub>2</sub> O (%)	0.43
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	5.43	Na <sub>2</sub> O (%)	0.30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	3.05	SO <sub>3</sub> (%)	2.53
CaO (%)	56.37	CaO Libre (%)	0.75
MgO (%)	0.71	R.I. (%)	9.11
K <sub>2</sub> O (%)	0.43	Perte au feu	3.11
SO <sub>3</sub> (%)	≤ 3.5	Chlorures (%)	≤ 0.1
MgO (%)	< 5.0		

**Tableau III.2** *Composition de Bogue du ciment utilisé*

C <sub>2</sub> S (%)	6.91
C <sub>3</sub> S (%)	66.89
C <sub>3</sub> A (%)	2.23
C <sub>4</sub> AF (%)	15.32

**III.2.3 L'eau**

L'eau utilisée pour le gâchage des bétons est l'eau du robinet de la ville de Tlemcen, conforme à la norme XP P 18-303 [XPP, 99].

**Tableau III.3** *Composition de l'eau de gâchage (mg/l)*

Ca	Mg	Na	K	Cl	SO <sub>4</sub>	CO <sub>3</sub>	NO <sub>3</sub>	pH	T (°C)
74.4	49	40	5	95	170	300	42.5	7.5	17.5

La formulation du béton est réalisée à l'aide de la méthode Dreux-Gorisse [BOU, 10] (voir tableau III.4).

**Tableau III.4** *Propriétés et formulation du béton utilisé*

CONSTITUANTS	COMPOSITION
Gravier 15/25 (kg/m <sup>3</sup> )	533
Gravier 8/16 (kg/m <sup>3</sup> )	432
Gravier 3/8 (kg/m <sup>3</sup> )	144
Sable 0/4 (kg/m <sup>3</sup> )	660
Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	350
Eau (kg/m <sup>3</sup> )	175
E/C	0.5
G/S	1.68
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	2294
Affaissement (cm)	6
Résistance à la compression (MPa)	34.32

**III.2.4 Confection des éprouvettes**

La confection des éprouvettes de béton a été réalisée conformément à la norme NF P18-404 [NFP, 81]. Les constituants sont introduits dans l'ordre suivant : gros éléments, liant, sable.

Après un malaxage à sec de l'ordre de 1 min, l'eau de gâchage a été ajouté et le malaxage poursuivi pendant 2 minutes. Les éprouvettes de béton destinées aux essais de diffusion sont de dimensions 100 x 200 mm.

### **III.2.5 Cure**

Les éprouvettes sont démoulées après 24 heures, puis plongées dans l'eau à  $20 \pm 2^\circ \text{C}$  pendant 28 jours et ce conformément à la norme NT BUID 201 [BUI, 84-85] et aux recommandations de l'AFPC-AFREM (1997) [AFG, 97].

### **III.2.6. PREPARATION DES SOLUTIONS ET DES REACTIFS**

Les solutions utilisées pour la réalisation de cet essai sont :

- ✓ catholyte : solution amont de chlorure de sodium  $\text{NaCl}$  de concentration 110 g par litre d'eau
- ✓ anolyte : solution aval d'hydroxyde de sodium de  $\text{NaOH}$  de concentration 12 g par litre d'eau,
- ✓ solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ), 0,100 mol/l, préparée en séchant, au minimum pendant 1 h, environ 20 g de nitrate d'argent à une température de  $110 \pm 5^\circ \text{C}$  ; laisser refroidir dans un dessiccateur et peser  $16,987 \pm 0,001$  g de nitrate d'argent sec, dissoudre dans l'eau et diluer à 1 l dans une fiole jaugée (conserver la solution dans une bouteille en verre brun et mettre à l'abri d'une exposition prolongée à la lumière du jour) NF EN 1744-1[NFP, 85].
- ✓ solution de bicarbonate de potassium  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (5% dans l'eau) indicateur coloré pour titrage des chlorures.

## **III.3 MATERIEL**

### **III.3.1. Appareillage**

Le banc d'essai nécessaire à l'élaboration de notre programme expérimental a été monté au laboratoire conformément aux recommandations de la norme NT BUILD 492 [BUI, 99] (cf. figure III.3).

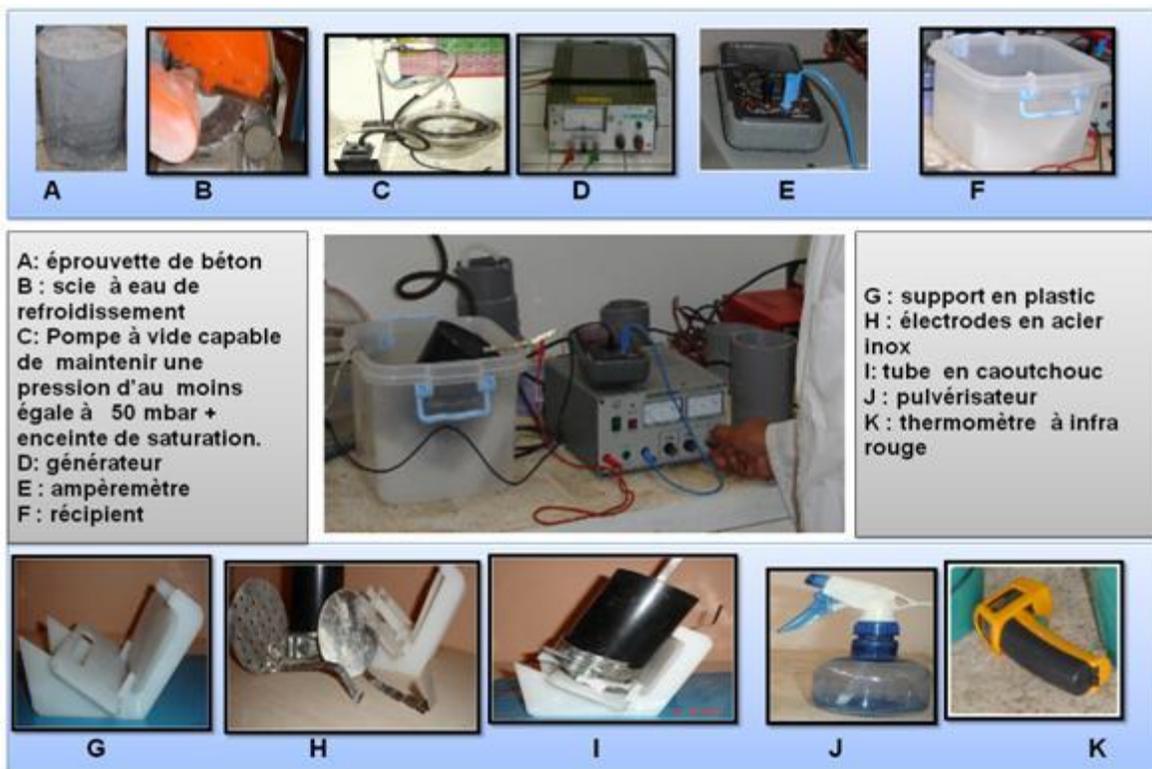


Figure III.3 Matériel utilisé pour l'essai de migration selon la norme NT BUILD 492 [BUI, 99]

### III.3.2. Préparation des corps d'épreuve

La gâchée sert à la confection de (05) éprouvettes de dimensions 100x200mm, dont 02 seront réservées pour effectuer des essais de migration après une cure d'une (01) semaine.

Après une cure de 28 jours à l'eau, les trois (03) autres éprouvettes ont été sciées en (04) parties (cf. la figure III.4)

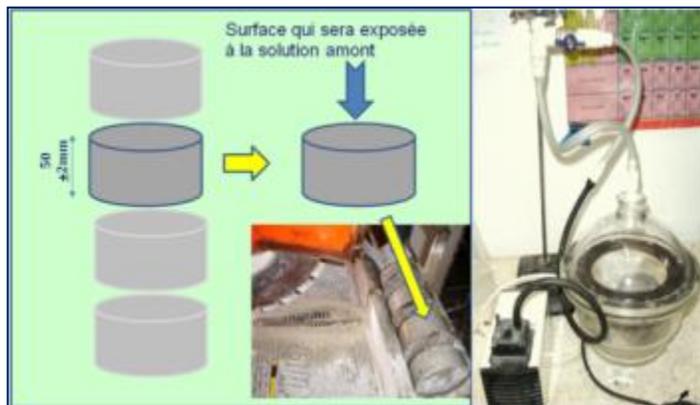


Figure III.4. Prélèvement du corps d'épreuve (sciage, saturation sous vide et à l'eau de chaux).

Ce corps d'épreuve a été saturé sous vide pendant 03 heures et ensuite à l'eau de chaux (2g/l) pendant 18h à 20 heures selon les recommandations de la norme NT BUILD 492 [BUI, 99].

### III.4. Porosité accessible à l'eau

#### III.4.1. Pesée hydrostatique

Cette pesée s'effectue en immergeant complètement le corps d'épreuve à l'aide d'une balance hydrostatique (précision de 0,01 g) pour obtenir  $M_{\text{eau}}$  du corps d'épreuve immergé.

#### III.4.2. Pesée à l'air

Après la pesée à l'eau, il faut essuyer rapidement et superficiellement le corps d'épreuve avec un chiffon sec sans toutefois retirer l'eau des pores. Ensuite peser immédiatement le corps d'épreuve à l'air à 0,01 g près. On obtient de cette manière, la masse  $M_{\text{air}}$  du corps d'épreuve imbibé.

Pour mieux caractériser un béton, l'essai est réalisé sur trois échantillons.

#### III.4.3. Pesée à sec

S'effectue par étuvage de l'échantillon à une température de  $105 \pm 5$  °C jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05 %. La masse ainsi déterminé est la masse de l'éprouvette sèche  $M_{\text{sec}}$ . [AFPC-AFREM [AFGC, 1997].

On utilise la formule suivante pour calculer la porosité accessible à l'eau p :

$$P = \frac{(M_{\text{air}} - M_{\text{sec}})}{(M_{\text{air}} - M_{\text{eau}})} \dots\dots\dots (III.1)$$

La porosité moyenne calculée de notre béton est donc  $P = 13.14\%$ .

### III.5. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR EFFECTUER DES ESSAIS A DIFFERENTES TEMPERATURES

Le facteur climat joue un rôle déterminant dans la maturité du béton. Dès sa confection, il est soumis à l'action du soleil, du vent et de l'humidité relative de l'atmosphère. Au nord de l'Algérie, dans les villes côtières, les températures hivernales varient entre 8 °C et 15 °C. Elles grimpent à 25 °C au mois de mai pour atteindre une moyenne de 28 °C à 30 °C en juillet et août.

Cependant, des pics de températures peuvent descendre sous la température de 0° C l'hiver et l'été, ils peuvent atteindre 45° C à l'ombre. Ce sont ces températures critiques qui sont considérées dans le domaine de l'engineering comme les cas les plus défavorables, que nous allons prendre en compte pour justifier l'intervalle choisi dans le cadre de notre travail.

La démarche expérimentale développée dans ce travail prend en compte l'effet de la température sur le transport des ions chlores dans le béton, afin de mettre en évidence leur influence sur les propriétés futures du béton notamment sa durabilité. Dans cette perspective, les températures (0, 20 et 40° C) ont été choisies pour se rapprocher de la réalité (été comme hiver, de jour comme de nuit).

### III.5.1. Essais aux températures $20 \pm 2$ °C

L'essai à  $20 \pm 2$  °C a été effectué dans la salle du laboratoire où on a constaté une stabilité de la température pendant la durée de l'essai. Les relevés des mesures de la température ont été effectuées à l'aide d'un thermomètre qui nous indique à chaque fois la température max et min.

### III.5.2. Essais aux températures $0 \pm 2$ °C

Le dispositif utilisé pour réaliser les essais à  $0 \pm 2$  °C est un réfrigérateur où on a mis uniquement la cellule de diffusion. Le générateur du courant ainsi que l'ampèremètre ont été placés à l'extérieur du réfrigérateur (fig.III.5.)



Figure III.5 Réfrigérateur utilisé pour les essais à basses températures

### III.5.3. Essais aux températures $40 \pm 2$ °C

Pour les essais effectués à la température de  $40 \pm 2$  °C, on a utilisé un four à moufle à température réglable. Les appareils électroniques ont été mis en place à l'extérieur en faisant passer le câblage (intérieur/extérieur) dans des gaines aménagés dans le four (voir fig. III.6).

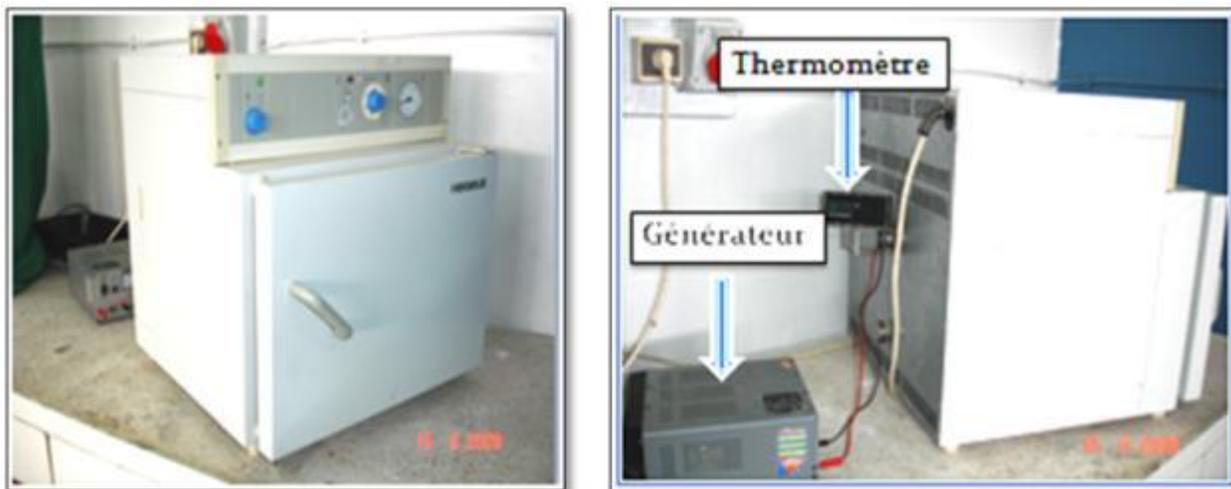


Figure III.6. Four à moufle destiné aux essais aux températures de 40° C.

La stabilité de la température dans le four et le réfrigérateur a été vérifiée 48h avant d'y introduire le banc d'essai. De plus, nous avons vérifié que la température restait constante pendant l'essai.

### III.6. PROTOCOLE DE DIFFUSION DES IONS CHLORES

L'essai défini par la norme NT BUILD 492 [BUI, 99] est connu pour sa rapidité et sa représentativité. Il est aussi appelé Méthode CTH (Chalmers University of Technology), ou essai Tang Luping et Nilsson [TAN, 96]. Cette méthode a également fait l'objet de recommandations dans la synthèse de plusieurs travaux de recherches. Il permet de déterminer un coefficient de diffusion apparent en régime transitoire.

Pour notre recherche, nous avons suivi les recommandations de cette norme conformément aux étapes illustrées dans l'organigramme de la figure II.27. Après avoir procédé à la préparation du corps d'épreuve, ce dernier est mis en place entre deux compartiments amont et aval où sont plongées deux électrodes en acier inoxydable, disposées sur chaque face de l'échantillon en béton.

Le compartiment amont contient du chlorure de sodium (NaCl) et en aval la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH). Sous l'influence du champ électrique créé, les chlorures se déplacent par migration de la cathode vers l'anode en traversant le corps d'éprouve.

Au début de l'essai, une différence de potentiel de 30 V est appliquée à l'échantillon. La tension est ensuite ajustée en fonction de la qualité du béton, déterminée par l'intensité initiale du courant comme indiqué au tableau de telle sorte qu'au bout de 24 heures (temps de l'essai), le front de pénétration n'atteigne pas l'extrémité de sortie.

### III.7. RESULTATS ET DISCUSSION

#### III.7.1 Intensité du courant

Lorsqu'on applique une tension de 30 V, les intensités initiales du courant électrique varient entre 75 et 90 mA, et ce selon la qualité de l'échantillon du béton. Une fois on fixe la nouvelle tension comme indiquée au tableau de figure II.27), l'ampèremètre enregistre de nouvelles intensités relativement faibles par rapport à celles mesurées initialement.

#### III.7.2 Evaluation de la profondeur $X_d$

A la fin de l'essai, l'éprouvette est rompue par fendage et la profondeur de pénétration des chlorures, notée  $X_d$ , est mesurée par pulvérisation d'un révélateur, le nitrate d'argent (0.1 M). L'équation III.2 présente le calcul de  $X_d$ , moyenne de 7 mesures après pulvérisation de l'AgNO<sub>3</sub> (voir figure III.5).

$$X_d = \frac{\sum X_i}{7} \dots\dots\dots (III.2)$$

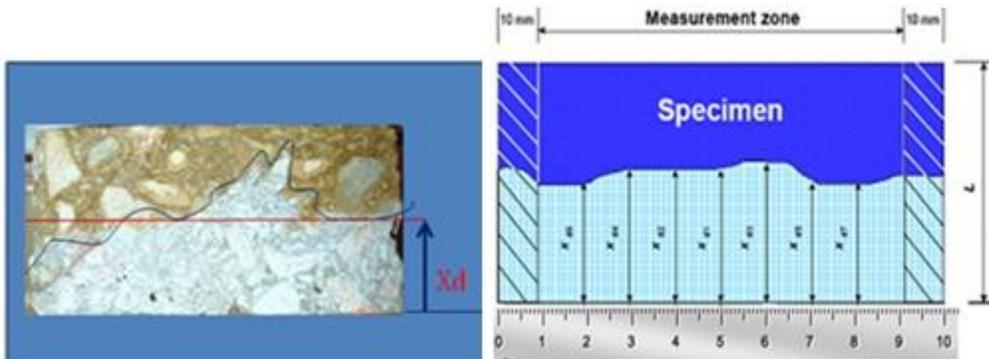


Figure III.5. Mesure de la profondeur de pénétration des ions chlorures

#### III.7.3. Calcul du coefficient de diffusion apparent

Comme le transport des chlorures se fait en régime transitoire, le coefficient de diffusion apparent est calculé à partir de l'équation modifiée de Nernst-Planck [BUI, 99].

$$D_{nssm} = \frac{RT}{zFE} \frac{X_d - \alpha \sqrt{X_d}}{t} \dots\dots\dots(III.3)$$

$$E = \frac{U-2}{L} \dots\dots\dots(III.4)$$

$$\alpha = 2 \sqrt{\frac{RT}{zFE}} \operatorname{erf}^{-1} \left( 1 - \frac{2c_d}{c_0} \right) \dots\dots\dots(III.5)$$

$$\operatorname{erf}^{-1} \left( 1 - \frac{2c_d}{c_0} \right) = 1.28 \dots\dots\dots(III.6)$$

Avec :

$D_{nssm}$  : coefficient de diffusion [ $m^2/s$ ],

$z$  : valeur absolue de valence de l'ion, pour le chlorure  $z=1$ ,

$F$  : constante de Faraday,  $F=9,684.10^4$  [j/v.mol],

$U$ : tension appliquée, [V],

$R$  :  $R = 8.314$  [J/ (K·mol)],

$T$  : valeur moyenne entre la température initiale et les dernières températures dans la solution de l'anolyte, [°C],

$L$  : épaisseur du spécimen [m],

$X_d$ : profondeur moyenne des pénétrations [m],

$T$  : durée de l'essai, [s],

erf : fonction erreur

$c_d$  : concentration du chlorure ;  $c_d = 0.07$  N pour béton ordinaire;

$c_0$  : concentration du chlorure dans la solution du catholyte ;  $c_0 = 0,2$  N.

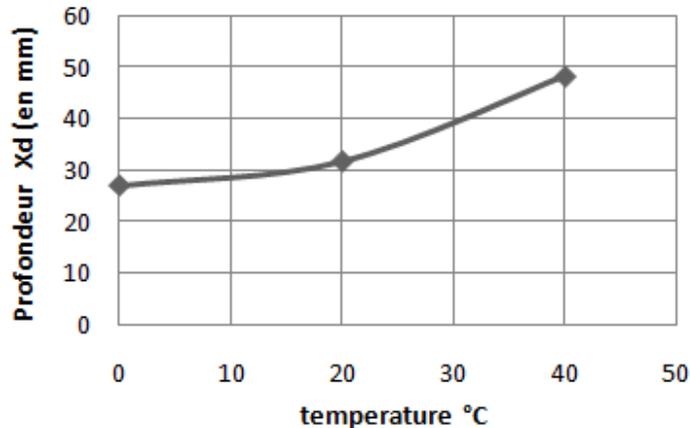
En remplaçant (III.2), (III.3), (III.4) et (III.5) dans l'équation III.1, elle devient :

$$D_{nssm} = \frac{0.0239(273+T)L}{(U-2)t} \left( X_d - 0.0238 \sqrt{\frac{(273+T)LX_d}{U-2}} \right) \dots\dots\dots(III.7)$$

### III.8. RESULTATS

#### III.8.1. Effet de la température sur la profondeur de pénétration

Nous avons tracé sur la figure III.6, la variation de la profondeur de pénétration des ions chlorures en fonction de la température.



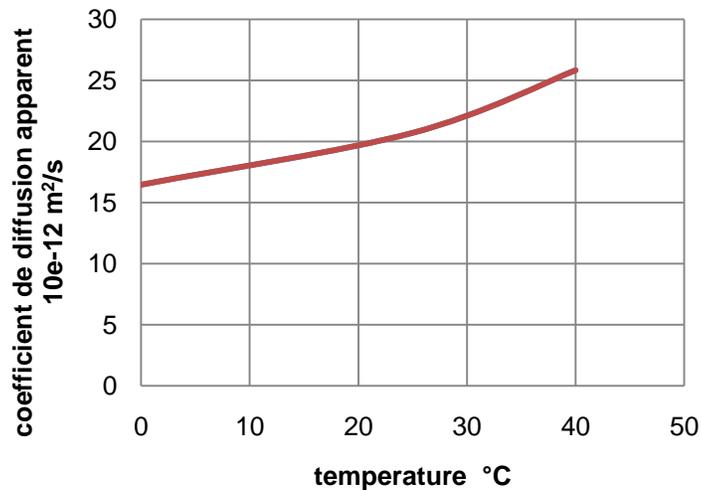
**Figure III.6.** Variation de la profondeur de pénétration des ions chlorures à travers l'échantillon de béton sous l'effet du gradient thermique.

La température influe sur la vitesse des réactions chimiques ainsi que sur l'adsorption des ions. La capacité de fixation des chlorures dépendent de la température du point de vue chimique et physique [NGU, 06]. Nous constatons que pour une température supérieure à 20° C, un effet cinétique vient s'ajouter à celui du champ électrique appliqué à l'échantillon de béton. Mais ce n'est pas le cas pour les températures inférieures à 20° C où la profondeur de pénétration diminue.

Chimiquement, l'effet de la température est très important pour l'évolution des réactions en général et lorsqu'on l'abaisse, on peut même bloquer le développement de ces réactions (principe de conservation des produits alimentaires par exemple). Cette variation est due aussi au comportement de la microstructure du béton notamment sa porosité qui augmente en fonction de la température. Cette augmentation est due en partie à l'augmentation du volume total de la dimension des pores ainsi probablement qu'à la microfissuration engendrée par la dilatation différentielle entre la pâte de ciment et les granulats [TRA, 09].

Physiquement, les propriétés de transfert des bétons augmentent avec la température. Lors de l'élévation de la température, une agitation thermique des molécules des fluides va s'activer, impliquant une augmentation du coefficient de diffusion [BRU, 09].

### III.8.2. Effet de la température sur le coefficient de diffusion.



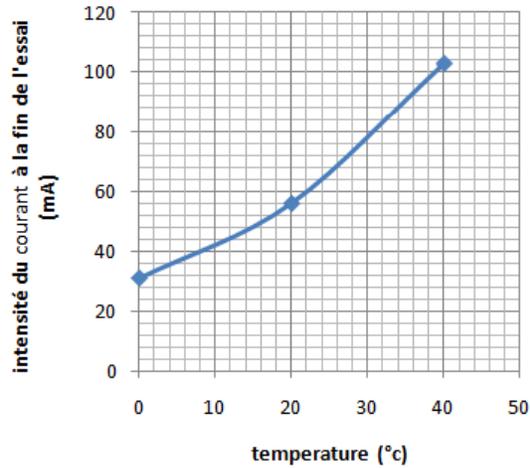
**Figure III.7.** Variation du coefficient de diffusion sous l'effet de l'augmentation de la température

Nous avons constaté pour une variation du gradient thermique (0 à 40°C), que le coefficient de diffusion apparent a augmenté d'environ 57 % (voir figure III.8). Ce résultat nous montre que l'augmentation du gradient thermique favorise le transfert de ces ions d'une manière remarquable. De plus, à la température de 40° C, la valeur de la profondeur  $X_d$  est très proche de l'épaisseur de l'éprouvette du béton testé (ép. 50 mm) et si nous dépassons cette température nous risquons d'atteindre l'autre face de l'échantillon.

Nous pouvons ainsi conclure que le béton ordinaire confectionné ne convient pas pour un environnement agressif selon le tableau II.4 élaboré par Tange J. et col. [Tange J. et col., cité par ROZ, 07].

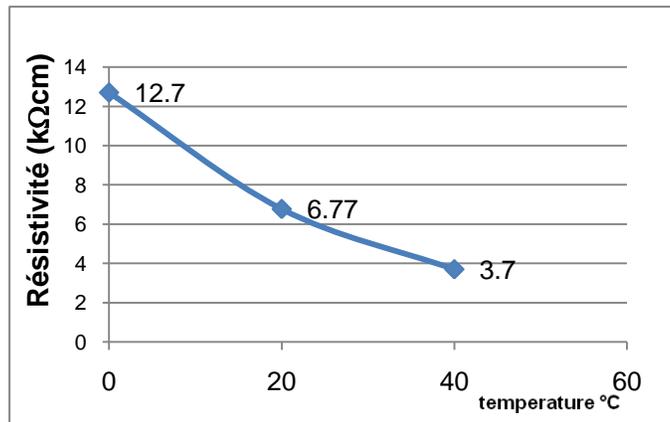
De plus, huit (08) essais de migration ont été effectués sur des disques de béton après une cure à l'eau pendant 07 jours. Nous avons observé que pour l'ensemble de ces essais, le front de pénétration a atteint l'épaisseur de l'éprouvette. Ceci est dû principalement à la porosité élevée du béton au jeune âge.

### III.8.3. Effet de la température sur l'intensité du courant et la résistivité



**Figure III.8** Variation de l'intensité du courant à la fin de l'essai sous l'effet de la température

La figure III.8, nous montre la variation de l'intensité finale du courant après une durée de 24 heures en fonction des différentes températures. Nous observons que l'intensité du courant évolue avec la température. Sachant que la tension du courant est constante pendant la durée de l'essai (dépend de l'intensité du courant et la résistance de l'échantillon), l'augmentation de l'intensité engendre la diminution de sa résistance et par la suite sa résistivité (voir figure III.9). Cette diminution est due à la présence de produits dissous dans la solution, tels que les sels.



**Figure III.9.** Variation de la résistivité de l'échantillon du béton sous l'effet de la température

Dans un béton saturé en eau, le courant électrique se propage essentiellement via l'espace poreux saturé. La résistivité du béton est fortement conditionnée par sa phase liquide. Plus la

porosité du béton est forte, plus la phase liquide peut être importante et par conséquent plus la résistivité est faible. Plus le béton aura une résistivité élevée, plus la diffusion des ions agressifs sera limitée et le courant de corrosion sera faible [VER, 09].

La résistivité électrique du béton dépend de son humidité et de sa salinité. Ainsi, dans une zone toujours humide où il y a présence de sels, le béton présente une faible résistivité électrique et les armatures sont dans des conditions qui favorisent leur corrosion [HAJ, 08].

La figure III.9 nous montre que la résistivité électrique de l'échantillon en béton varie sous l'effet du gradient thermique entre 3.7 à 12.77 kΩ cm. En comparant ces résultats avec ceux du tableau II.6, nous constatons que le taux probable de corrosion du béton est faible à modéré quand la température est inférieure à 10° C. Pour des températures supérieures, le taux de corrosion devient en revanche, élevée à très élevé ; ce qui confirme que le matériau étudié a une faible résistance à la pénétration des ions chlores, dans les conditions de températures normales ( $10^{\circ} < T < 40^{\circ}$  C).

#### **III.8.4. Corrélation approximative entre essai AASHTO 277 et NT BUILD 492 pour différentes températures**

Dans le but de faire une comparaison entre la perméabilité rapide du chlorure déterminé par AASHTO 277 et les valeurs d'essai de migration selon NT BUILD 492 qui sont présentés aux tableaux II.2 et II.3 du paragraphe II.3.4, nous constatons que le rapport de la profondeur de pénétration et le produit de la tension appliquée par la durée de l'essai, est supérieure à 0.034 (voir tableau II.3) qui correspond à une charge de 3000 coulombs. Cette valeur nous indique que le béton objet de notre étude a une perméabilité élevée aux chlorures.

**Tableau III.5** Coefficient de migration rapide en fonction de la variation de la température d'essai

TEMPERATURE (° C)	ESSAIS DE MIGRATION RAPIDE (NT BUILD 492), (mm/V.h)
0	0.047
20	0.066
40	0.1

### **III.9. CONCLUSION**

Les résultats du programme expérimental relatif à l'influence de la température sur le transfert des ions chlores dans les bétons nous ont permis de tirer les enseignements suivants :

- ✓ Le béton ordinaire à base du ciment portland composé, que nous avons formulé, n'est pas recommandé pour résister à l'agression de l'eau de mer.
- ✓ Nous avons pu montrer que les échantillons de béton soumis au milieu agressif marin et exposés à de faibles températures (au dessus de 0° C), présentent une meilleure durabilité que ceux qui sont exposés à des températures élevées (au voisinage de 40° C). En effet, dans le cas des températures basses ( $\approx 0^\circ$  C), les performances du béton ne s'améliorent pas uniquement en matière de résistance à la pénétration des ions chlores mais aussi par rapport à sa résistivité électrique qui est un paramètre d'évaluation du risque de corrosion des armatures.
- ✓ Malgré la présence d'un champ électrique ayant pour rôle l'excitation des ions pour se déplacer de l'amont à l'aval, l'effet de la basse température influe inversement à l'encontre du champ électrique.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Le phénomène de pénétration des ions chlorures dans le béton est un sujet vaste et complexe. Il englobe beaucoup de paramètres, plus ou moins couplés, liés au matériau et au milieu environnant. Il s'agit dans ce chapitre de conclure quant aux objectifs attendus de cette étude et d'étudier l'effet de la température sur la durabilité du béton soumis aux attaques des chlorures.

En fonction des conditions d'exposition, deux types de mécanismes sont à envisager pour la pénétration des chlorures : l'absorption capillaire et la diffusion. L'étude du mécanisme de diffusion conduit à définir deux types de coefficients qui présentent des paramètres fondamentaux renseignant sur la durabilité du béton : le coefficient de diffusion effectif, souvent noté  $D_{\text{eff}}$ , et le coefficient de diffusion apparent,  $D_{\text{app}}$ . Ce dernier, déterminé en régime transitoire, tient compte de la fixation physique ou chimique des chlorures sur la matrice cimentaire, alors que le premier, déterminé en régime permanent, n'en tient pas compte. Si la diffusion en régime transitoire paraît plus proche des conditions réelles de dégradation, les essais en régime permanent apportent plus d'informations sur le comportement du matériau.

L'objectif de notre recherche est d'étudier la variation du coefficient de diffusion apparent sous l'effet de la température, d'un béton ordinaire confectionné à base de matériaux locaux. Les résultats obtenus nous ont permis de conclure que :

- ✓ Le béton ordinaire à base du ciment portland composé, que nous avons formulé, n'est pas recommandé pour résister à l'agression de l'eau de mer.
- ✓ les échantillons de béton soumis au milieu agressif marin et exposés à de faibles températures (au dessus de  $0^{\circ}\text{C}$ ), présentent une meilleure durabilité que ceux qui sont exposés à des températures élevées (au voisinage de  $40^{\circ}\text{C}$ ). En effet, dans le cas des températures basses ( $\approx 0^{\circ}\text{C}$ ), les performances du béton ne s'améliorent pas uniquement en matière de résistance à la pénétration des ions chlorures mais aussi par rapport à sa résistivité électrique qui est un paramètre d'évaluation du risque de corrosion des armatures.
- ✓ Malgré la présence d'un champ électrique ayant pour rôle l'excitation des ions pour se déplacer de l'amont à l'aval, l'effet de la basse température influe inversement à l'encontre du champ électrique.

### Perspectives

- ✚ L'inspection et élaboration d'un diagnostic sur quelques structures existantes dans les villes côtières qui ont connu des dégradations sous l'effet de l'eau de mer, afin d'identifier

toutes les pathologies apparentes, et identifier ainsi les agents responsables des désordres.

- ✚ Réaliser une campagne d'essais in situ en vue de caractériser les bétons en place. Ce programme nous permettra, à moyen terme avec le concours des institutions publiques concernées (DUC, DLEP, DTP, etc.), de mettre en place des corrélations entre le vieillissement naturel et le vieillissement accéléré,
- ✚ Conception de nouveaux bancs d'essai pour la détermination du coefficient de migration,
- ✚ Elaboration des essais de durabilité des bétons à base de matériaux de déconstruction (gravats de béton récupérés après démolition) pour favoriser le recyclage des matériaux visant ainsi la préservation des ressources naturelles.

Ces axes de recherche contribueront à la compréhension des phénomènes complexes relatifs au comportement des bétons locaux exposés aux environnements agressifs en vue d'améliorer leurs performances en matière de résistance à la pénétration des ions chlores.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[AFG, 97] Association Française de Génie Civil, (1997), « Durabilité des bétons : Méthode recommandée pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », Compte-rendu des journées techniques AFPC-AFREM, 11-12 décembre, Toulouse, France, p. 283.

AASHTO (1980), « Standard method of test for resistance of concrete to chloride ion penetration », American Association of State Highway and Transportation Officials, Washington D.C.

AASHTO (1998), « Standard method of test for resistance of concrete to chloride ion penetration », T259-80, American Association of State Highway and Transportation Officials, Washington, D.C., U.S.A.

Properties in Concrete -Assessing key indicators of durability-“ Document Federal Highway Administration, Washington,USA, p.9.

[AFGC, 03] (2003) « Réhabilitation du béton armé dégradé par la corrosion » Documents scientifiques et techniques AFGC , France, p.107.

[ARS, 1999] ARSENAULT, J., (1999) « Etude des mécanismes de transport des ions chlore dans le béton en vue de la mise au point d'un essai de migration », Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada, INSA Toulouse, France, 240 p.

[ASTM, 07] « Electrical Indication of Concrete's Ability to Resist Chloride Ion Penetration » American Association of State Highway and Transportation Officials, Washington ,p. 12.

[BAL, 07] J.-P. Balayssac, V. Kringkaï, M. Sbartaï, G. Klysz, S. Laurens, G. Arliguie, (2007) , « Contribution au développement du radar pour la caractérisation non destructive du béton ». Article, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC) ? Toulouse ,France, p.8.

[BAR , 05] V. BAROGHEL-BOUNY (2005) «Nouvelle approche de la durabilité du béton. Indicateurs et méthodes » Techniques de l'Ingénieur, p.14.

[BAR, 02] BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., DIVET L., GAWSEWITCH J., GODIN J., HENRY D., PLATRET G., VILLAIN G., (2002), « Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons - Méthodes de mesure et d'essais de laboratoire », Méthodes d'essai n° 58, Techniques et Méthodes des LPC, LCPC, février, p. 88.

[BAR, 07] BAROGHEL-BOUNY V., (2007), “Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part I: Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure”, Cement and Concrete Research, 37 (1), p. 538.

[BAR, 94] V.BAROGHEL-BONY, (1994), « Caractérisation des pates de ciment et des bétons; méthodes, analyse, interprétations », Edition du laboratoire central des ponts et chaussées, Paris. France,

[BOU, 10] BOUKLI HACENE, S. M. A., (2010), « Contribution à l'étude de la résistance caractéristique des bétons de la région de Tlemcen », Thèse de doctorat, Université AbouBekr Belkaïd, Tlemcen, Algérie, Janvier, p. 234.

[BRU, 09] BRUE F., (2009), « Rôles de la température et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons », Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lille, France, p. 294.

[BUI, 84-85] NT BUILD 201, (1984-1985), "Making and curing of moulded test specimens for strength tests", p. 6.

[BUI, 97] NT BUILD 355, (1997) «Chloride diffusion coefficient from migration cell experiments »p.4

[BUI, 99] NT BUILD 492, (1999), "Chloride migration coefficient from Non-steady-state migration experiments", p. 8.

[BUI,95] JNTBuild443, (1995), « Concrete, hardened : accelerated chloride penetration.Nordtest ».p.5

[CAM, 08] Guillaume CAMPS « Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton » Thèse de doctorat, UNIVERSITE PAUL SABATIER – TOULOUSE III, France, p.286.

[CHO, 06] Marta Choinska , (2006) « Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure » *Thèse de doctorat de l'université de Nantes , France ,p.184.*

[DAL, 04] Stefano Dal Pont, (2004) « Lien entre la perméabilité et l'endommagement dans les bétons à haute température » *Thèse de doctorat Ecole nationale des ponts et chaussées (LAMI), france , , p. 222.*

[DEB ,08] DEBY Fabrice, (2008) "approche probabiliste de la durabilité des bétons en environnement marin», *Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, France , , p. 202.*

[DJE,07] Djerbi. A., (2007), « Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité au gaz et sur la diffusion des ions chlorures », Thèse de Doctorat, Université de Nantes, p. 195

[FRA, 98] FRANCY O., (1998), « Modélisation de la pénétration des ions chlorures dans les mortiers partiellement saturés en eau » Thèse de doctorat, Laboratoire Matériaux et Durabilité des constructions, INSA-UPS Toulouse, et Laboratoire Central des Ponts et Chaussées Paris, France, p. 273.

[GAL, 06] E.Gallucci, Xinyu Zhang, K.Scrivener (2006) « Influence de la température sur le développement microstructural des bétons » *Septième édition des Journées scientifiques du regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton, Toulouse, France ,p. 10.*

[GRA, 07] ARLIGUIE G., HORNAIN H., (2007) « Grandeurs associées à la Durabilité des Bétons », Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France,

[GUI, 04] Emmanuel GUILLON , (2004) « Durabilité des matériaux cimentaires - Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles » Thèse de doctorat école Normale Supérieure de Cachan, France, p. 176.

[HAJ, 08] AL HAJJAR H., (2008), « Applicabilité et efficacité d'une protection galvanique aux aciers de précontrainte » Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, p. 244.

[HAM, 09] HAMAMI A.. A.,, (2009) « Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentai [res », Thèse de doctorat, Université de la Rochelle, France, p.190

[HYV , 09] N. HYVERT, (2009) « Application de l'approche probabiliste à la durabilité des produits préfabriqués en béton » Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, p. 228.

[LAS, 08] R. Lassoued , K. Ouchenane , M, Ouchenane (2008), « Influence de l'enrobage de béton sur la corrosion des armatures et effet de la corrosion sur l'adhérence » Université Mentouri Constantine ,Algerie, p.11

[LCPC, 02] « Méthodes d'essai N°58 : Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons» Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées LCPC, (2002) France, 87 p.

[MAG, 08] MAGAT J., (2008), « Développement de méthodes IRM pour l'étude de la structure de matériaux à matrice cimentaire », Thèse de doctorat, Université Nantes, France,p. 199.

[MAH, 06] Mahmoud Ismail (2006) « étude des transferts et de leurs interactions Avec la cicatrisation dans les fissures pour Prolonger la durée de service des Infrastructures (ponts, centrales nucléaires) » Thèse de doctorat de l'INSA l'institut national des sciences appliquées de Toulouse -France ,Avr 2006, p. 225

[CIM, 06] Revue Cimbeton ; (2006) « ONSTRUCTION MODERNE » INSA l'institut du ciment et ses applications ,41, avenue de frieldland, 75008, Paris, p.40.

[NFP, 81] NF P 18-404, (1981), « Bétons, essais d'étude, de convenance et de contrôle confection et conservation des éprouvettes », Editée par AFNOR, p. 4.

[NFP, 85] NF EN 1744-1, (1985), « Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats », Editée par AFNOR, p. 56.

[NGU, 06] NGUYEN, T. S., (2006), « Influence de la nature du liant et de la température sur le transport des chlorures dans les matériaux cimentaires », Thèse de doctorat, INSA de Toulouse, France, p. 220

[NUG, 02] NUGUE, F., (2002), « Recherche d'une méthode rapide de détermination du coefficient de diffusion en milieu cimentaire saturé », Thèse de doctorat, INSA Toulouse, p. 299.

[PER, 06] PERREAULT-CHABOT J., JOLIN M., SAMSON E., (2006), « Influence des conditions d'exposition des stationnements multi étagés sur la pénétration des chlorures dans le béton », QUEBEC

[QNGU, 07] QUANG, T.N., (2007) « Modélisations physico-chimiques de la pénétration des ions chlorures dans les matériaux cimentaires », Thèse de doctorat LCPC Paris, France. p. 232.

[ROZ, 07] ROZIERE, E., (2007), « Etude de la durabilité des bétons par une approche performancielle», Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, France, p.250. p.

[STA, 01] Stanish, K. D., Hooton, R. D., and Thomas, M. D. A., (2001) "Testing the Chloride Penetration Resistance of Concrete: A Literature Review," Prediction of Chloride Penetration in Concrete, Federal Highway Administration, Publication No. FHWA-RD- 00-142 ,p.33.

[STE, 10] D. Stephen Lane, Rachel J. Detwiler, and R. Douglas Hooton, (2010) "Testing Transport [TAE, 09] TAESONG A., HONGSAM K. (2009), "Protection Technologies against Chloride Attacks in Korea", Symposium on Sustainable Concrete and Cement Technologies, University of Auckland, New Zealand, p.167.

[TAN, 96] TANG L., (1996), « Chloride transport in concrete-measurement and predictions», Thèse de doctorat, publication 6, dept. of building materials, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden, p. 96.

[TOU, 09] TOUIL Brahim ,(2009) « Etude de la diffusion des chlorures dans les bétons locaux » mémoire de magister université de Tlemcen ,Algérie, p.154

[TRA, 09] TRAN The Truyen, (2009), « Contribution à l'étude du comportement mécanique et hydromécanique du béton », Thèse de doctorat, Faculté des sciences appliquées, Université de Liège, Belgique, p. 257.

[VER, 09] VERVISCH-FORTUNÉ, I. (2009), « Sensibilité de la technique d'émission acoustique à la corrosion des armatures dans le béton », Thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, France, p. 198.

[VIR, 08] VIRIYAMETANONT K. (2008), « Reconnaissance physique et géométrique d'éléments en béton armé par radar et RNA »,Thèse de doctorat, LMDC, INSA de Toulouse, France, p. 248.

[VIRA, 07] VIRAS E., BOYD A ., et HAMILTON H. R., (2007), « Permeabilty of concrete -comparison of conductivity and diffusion methods » technical report documentation, Florida department of transportation university, Florida, USA, p. 238.

[YAN, 08] YANG D., (2008), « Caractérisation par la mesure de perméabilité au gaz de l'endommagement mécanique et hydrique dans l'EDZ des argilites du Callovo-Oxfordien », Thèse de doctorat, Ecole des mines, Paris, France, p. 228.

[YUA, 08] Qiang Yuan, Geert De Schutter (2008)“ The relationship between chloride diffusion and migration coefficients in concrete” papers , Department, Ghent University, Belgique ,p. 2.

NF XP P 18-303, (1999), « Eau de gâchage pour béton », publiée par AFNOR en août, p. 16.